



VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

FAKULTA CHEMICKÁ

FACULTY OF CHEMISTRY

ÚSTAV CHEMIE MATERIÁLŮ

INSTITUTE OF MATERIALS SCIENCE

PŘÍPRAVA A CHARAKTERIZACE POLYMERNÍCH KOMPOZITNÍCH SYSTÉMŮ S PŘÍDAVKEM GRAFENU

PREPARATION AND CHARACTERIZATION OF GRAPHENE/POLYMER
COMPOSITES

DIPLOMOVÁ PRÁCE

MASTER'S THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

Bc. Romana Zálešáková

VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

Ing. Petr Poláček, Ph.D.

BRNO 2018

Zadání diplomové práce

Číslo práce: FCH-DIP1200/2017
Ústav: Ústav chemie materiálů
Student(ka): **Bc. Romana Zálešáková**
Studijní program: Chemie a chemické technologie
Studijní obor: Chemie, technologie a vlastnosti materiálů
Vedoucí práce: **Ing. Petr Poláček, Ph.D.**
Akademický rok: 2017/18

Název diplomové práce:

Příprava a charakterizace polymerních kompozitních systémů s přídavkem grafenu

Zadání diplomové práce:

Literární rešerše na dané téma.

Příprava kompozitů s přídavkem grafenu do polymerní matrice na bázi nenasycených polyesterových a epoxidových pryskyřic.

Studium vlivu množství a typů grafenů, dispergačních činidel a parametrů přípravy na mechanické vlastnosti kompozitu.

Termín odevzdání bakalářské práce: 7.5.2018

Diplomová práce se odevzdává v děkanem stanoveném počtu exemplářů na sekretariát ústavu. Toto zadání je součástí diplomové práce.

Bc. Romana Zálešáková
student(ka)

Ing. Petr Poláček, Ph.D.
vedoucí práce

prof.RNDr. Josef Jančář, CSc.
vedoucí ústavu

V Brně, dne 31.1.2018

prof. Ing. Martin Weiter, Ph.D.
děkan fakulty

ABSTRAKT

Cílem této diplomové práce je studium polymerních kompozitních systému s přidavkem grafenu, výroba testovacích těles a stanovení jejich mechanických a termických vlastností. Teoretická část práce se zabývá grafenem, jeho strukturou, přípravou a vlastnostmi. Následně se věnuje jeho funkcionalizaci a derivátům a dále jsou obecně rozebírány polymerní nanokompozity s přidavkem grafenu. Experimentální část se zabývá přípravou vybraných testovacích těles, která byla podrobena tahové a ohybové zkoušce a DMA.

ABSTRACT

The aim of the master's thesis is study of polymer composite system with the addition of graphite, production of test specimen and determination of their mechanical and thermal properties. The theoretical part deals with graphene, its structure, preparation and properties. Subsequently, it deals with functionalization and derivatives and nanocomposites polymers with the addition of graphene are generally analyzed. The experimental deals with the preparation of selected specimens. Tensile and lateral tests and DMA were used for study.

KLÍČOVÁ SLOVA

Grafen, deriváty grafenu, polymerní nanokompozity, mechanické a termické vlastnosti

KEYWORDS

Graphene, graphene derivatives, nanocomposites polymers, mechanical and thermal properties

ZÁLEŠÁKOVÁ, R. *Příprava a charakterizace polymerních kompozitních systémů s přídavkem grafenu*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta chemická, 2018. 52 s. Vedoucí diplomové práce Ing. Petr Poláček, Ph.D.

PROHLÁŠENÍ

Prohlašuji, že jsem diplomovou práci vypracoval samostatně a že všechny použité literární zdroje jsem správně a úplně citoval. Diplomová práce je z hlediska obsahu majetkem Fakulty chemické VUT v Brně a může být využita ke komerčním účelům jen se souhlasem vedoucího diplomové práce a děkana FCH VUT.

.....
podpis studenta

PODĚKOVÁNÍ

Chtěla bych poděkovat svému vedoucímu diplomové práce Ing. Petru Poláčkovi, Ph. D. za jeho odbornou pomoc, množství cenných rad, vstřícnost a trpělivost. Děkuji lidem z Ústavu chemie, Masarykovy Univerzity za vstřícnost a odbornou pomoc, dále děkuji projektu VaVpI Centrum Materiálového Výzkumu na FCH VUT v Brně, registrované číslo REG LO1211 za pomoc při realizaci práce. Velké díky mé rodině a přátelům za podporu během studia.

OBSAH

ÚVOD	7
1 TEORETICKÁ ČÁST.....	8
1.1 Uhlík	8
1.1.1 Alotropické modifikace uhlíku.....	8
1.2 Grafen	9
1.2.1 Metody přípravy grafenu.....	10
1.2.2 Vlastnosti grafenu	12
1.2.3 Funkcionalizace grafenu	14
1.3 Grafen oxid	15
1.4 Polymerní nanokompozity s přidavkem grafenu.....	17
1.4.1 Metody přípravy.....	18
1.4.2 Obecné vlastnosti	19
1.4.3 Vztah mezi strukturou a vlastnostmi	20
2 EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST.....	21
2.1 Použité materiály	21
2.2 Výběr vzorků	22
2.3 Příprava kompozitu a testovacích tělísek	24
2.4 Použité metody	25
2.4.1 Stanovení ohybových vlastností.....	25
2.4.2 Stanovení tahových vlastností	25
2.4.3 Dynamicko–mechanická analýza (DMA).....	26
2.4.4 Rastrovací elektronový mikroskop (SEM).....	26
2.4.5 ANN	26
3 VÝSLEDKY A DISKUZE	28
3.1 Tahová zkouška	28
3.1.1 Polyesterový systém.....	28
3.1.2 Epoxidový systém	30
3.2 Ohybová zkouška	32
3.2.1 Polyesterový systém.....	32
3.2.2 Epoxidový systém	35
3.3 DMA.....	37
3.3.1 Polyesterový systém.....	37

3.3.2	Epoxidový systém	38
3.4	SEM.....	39
3.4.1	Vzorek EP/B/m1/D3/O1	39
3.4.2	Vzorek EP/B/m3/D2/O1	39
3.4.3	Vzorek EP/B/m1/D1/O2	40
3.4.4	Vzorek EP/A/m1/D3/O1	40
3.4.5	Vzorek PES/B/m1/D4/O1	41
3.4.6	Vzorek PES/B/m3/D4/O3	41
3.4.7	Vzorek PES/A/m3/D4/O3	42
4	ZÁVĚR.....	43
5	POUŽITÁ LITERATURA.....	44
6	PŘÍLOHY.....	47
6.1	Souhrnné výsledky tahové zkoušky pro polyesterový systém	47
6.2	Souhrnné výsledky tahové zkoušky pro epoxidový systém	48
6.3	Souhrnné výsledky ohybové zkoušky pro polyesterový systém	49
6.4	Souhrnné výsledky ohybové zkoušky pro epoxidový systém	50

ÚVOD

Grafen je v současné době jedním z nejintenzivněji zkoumaným materiálem na světě. I když byl grafen objeven až v roce 2004, jeho model byl teoreticky popsán již v roce 1947. Zasloužil se za to Philip R. Wallace, který spočítal pásovou strukturu jedné vrstvy grafitu a poukázal na jeho neobvyklé vlastnosti. Jeho práce se v dalších letech stala základem pro popis dalších složitých struktur, jako jsou fullereny a nanotrubičky.

Dlouhou dobu byl grafen sám jako fyzikální objekt považován za nerealizovatelnou strukturu z důvodu termodynamické nestability. Tyto domněnky vznikly na základě odhadů tepelných kmitů atomů v jeho krystalové mřížce. Tyto kmity měly být větší než meziatomární vzdálenosti, což mělo zapříčinit rozpad krystalické struktury tenké vrstvy. Následně provedené experimenty, ale toto tvrzení později vyvrátily.

Zlomový okamžik nastal v roce 2004, kdy se podařilo izolovat první grafenovou vrstvu a bylo tak dokázáno, že dvourozměrný krystal může být stabilní i za laboratorních teplot. Grafen je nejtenčím a nejpevnějším materiálem na světě. Jedna vrstva grafenu vykazuje vynikající elektrickou vodivost a mechanické vlastnosti, jakých lze využít v mnoha odvětvích. Není tedy divu, že se grafen v současné době stal jedním z nejvíce zkoumaných materiálů. Poměrně náročná a nákladná výroba ovšem způsobuje, že se v průmyslovém měřítku téměř nevyrábí. Proto se stal nedílnou součástí mnoha vědeckých skupin a ústavů.

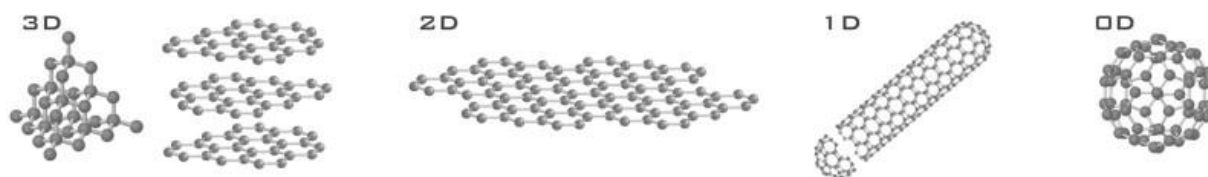
1 TEORETICKÁ ČÁST

1.1 Uhlík

Uhlík (latinsky Carboneum, značka C) je chemický prvek s šesti elektrony v atomovém obalu, který může tvořit dvě až čtyři chemické vazby. Ve vesmíru je čtvrtým nejrozšířenějším prvkem, který se nejčastěji vyskytuje ve formě elementárního uhlíku. Jedná se také o základní stavební prvek všech živých organismů na Zemi. Z čistého uhlíku je tvořeno velké množství struktur, které se liší vazebným uspořádáním. Jde o tzv. alotropii. Některé formy uhlíku jsou známy velmi dlouho, jiné byly připraveny v posledních letech. Mezi nejznámější struktury patří: grafit, diamant, amorfni uhlík, fullereny, nanotrubičky a grafen. [1], [2]

1.1.1 Alotropické modifikace uhlíku

Elementární uhlík vykazuje neobvykle složité chování, díky čemuž tvoří řadu velmi odlišných struktur. Lze je dělit dle počtu rozměrů v prostoru na třírozměrné (3D), dvojrozměrné (2D), jedno-rozměrné (1D) a bezrozměrné (0D) (Obr. 1). Tento parametr má vliv na charakter materiálu a stejné chemické sloučeniny tak mohou vykazovat velmi odlišné vlastnosti.



Obr.1.: Alotropické modifikace uhlíku: (zleva: 3D – diamant a grafit, 2D – grafen, 1D – uhlíkové nanotrubičky, 0D – fullereny). [3]

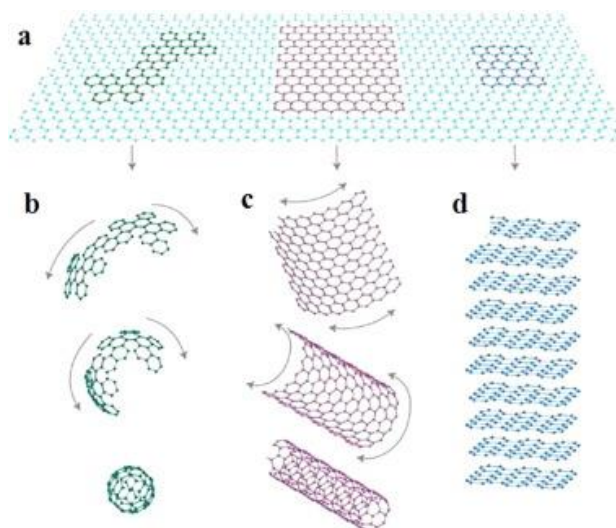
1.1.1.1 Trojrozměrné formy (3D)

Grafit: minerál složený z vrstev hexagonálně uspořádaných atomů uhlíku. Vrstvy jsou vzájemně uspořádány paralelně v krystalickém uspořádání na dlouhou vzdálenost. Chemické vazby uvnitř těchto vrstev jsou kovalentní s hybridizací sp^2 a s vazbou C–C o vzdálenosti 141,7 pm. Mezi vrstvami se uplatňují kovové vazby, jejichž síla je srovnatelná se silou van der Waalsových vazeb. To má za následek lehké štěpní grafitu do vrstev. Díky tomu patří mezi nejměkčí známé minerály. [1]

Diamant: krystalická forma uhlíku s kubicky plošně centrovanou mřížkou. Mezi jednotlivými atomy uhlíku jsou kovalentní vazby s hybridizací sp^3 . Patří mezi nejvzácnější minerály a zároveň vyniká svými fyzikálními vlastnostmi, jako je velká tvrdost, odolnost, vysoký index lomu, vysoká tepelná vodivost a elektrická nevodivost. [1]

1.1.1.2 Dvojrozměrné formy (2D)

Grafen: jedná se o jednoatomovou vrstvu grafitu a lze jej považovat za základ uhlíkových nanomateriálů, jelikož fullereny a uhlíkové nanotrubičky jsou jeho modifikací (Obr.2). Jeho podrobnější vlastnosti a výroba budou rozebrány v následující kapitole. [3]



Obr.2.: Grafen (a) jako základ ostatních uhlíkových materiálů: (b)fulleren, (c) uhlíková nanotrubiice, (d) grafit. [4]

1.1.1.3 Jednorozměrné formy (1D)

Uhlíkové nanotrubiice: jeden z nejmodernějších uhlíkových materiálů. Mají tvar válce, jehož plášť je tvořen atomy uhlíku, který je zakončen polokulovitými útvary, tzv. hemifullereny. Ve struktuře jsou obsaženy uhlíky s hybridizací sp^2 . Přípravují se katalytickým rozkladem plynů obsahující vhodně vázaný uhlík na vhodných podložkách. Nanotrubiice mají schopnost zachycovat velké objemy plynů, iontů, vyztužovat polymerní vlákna a sloužit jako základní materiál v nanotechnologiích. Téměř v celém objemu mají stejnou tloušťku a mohou být jednovrstvé nebo vícevrstvé. [2]

1.1.1.4 Bezrozměrné formy (0D)

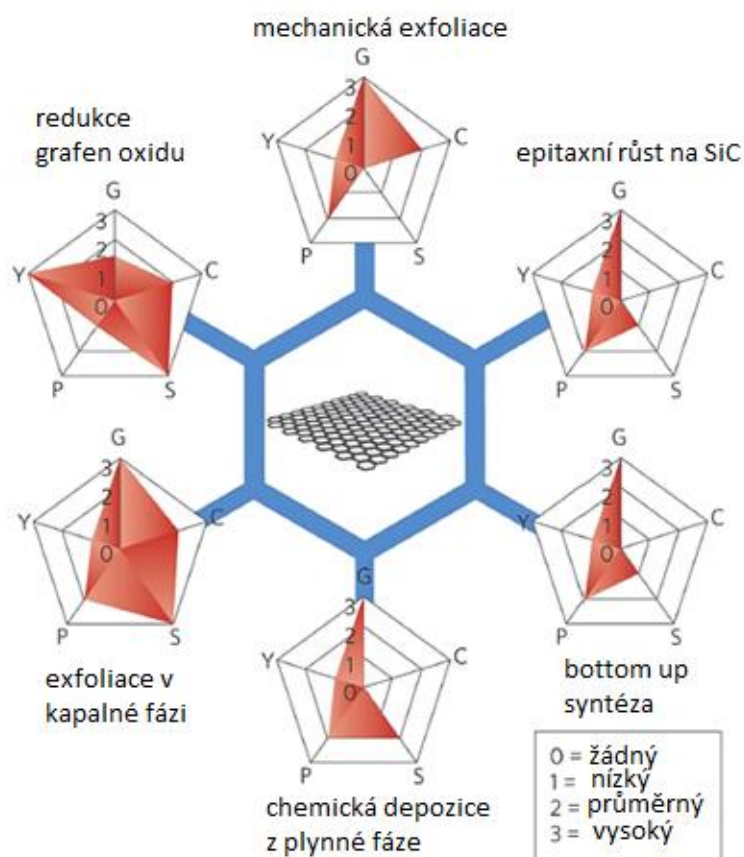
Fullereny: Tyto látky, které mají obecný vzorec C_n , tvoří molekuly složené z dvaceti a více atomů uhlíku. Vždy se ale jedná o sudý počet. Tyto atomy jsou uspořádány v pěti nebo šestiúhelnících a tvoří mnohostěny přibližně kulovitého tvaru. V podstatě je lze považovat ze grafenové vrstvy zabalené do tvaru koule. Nejstabilnější formou fullerenu je fullerén C_{60} , který se skládá z 60 atomů uhlíku a má 32 stěn. [2]

1.2 Grafen

Grafen byl teoreticky zkoumán již ve čtyřicátých letech minulého století. Studie se však zaměřovaly pouze na teoretické výpočty. Vědci totiž věřili, že dvourozměrné materiály nemohou existovat, protože jsou termodynamicky nestabilní, a proto se očekávalo, že se zborťí a nebo dojde k přechodu do jiné stabilnější formy. Teprve až v roce 2004 na Universitě v Manchesteru se týmu fyziků André Geima a Konstantina Novoselovova podařilo separovat první grafenovou vrstvu a to pomocí lepicí pásky. Jednalo se o metodu známou jako mechanická exfoliace. Tou se podařilo oddělit několik vrstev grafenu z objemového grafitu a následně jej přemístit na substrát a změřit jeho unikátní vlastnosti. Tento objev vedl k udělení Nobelovy ceny za fyziku v roce 2010. Od té doby akademické, průmyslové a vládní instituce projevují velký zájem o výzkum vlastností grafenu, zdokonalování jeho výrobních metod a rozšiřování jeho aplikace v praxi. [4], [5], [6]

1.2.1 Metody přípravy grafenu

Jednou z hlavních a největších výzev od objevení grafenu bylo nalezení způsobu jeho výroby, který nejenže by produkoval vysoce kvalitní grafen, ale také by jej produkoval ve velkém množství. Tento problém ovšem přetrvává dodnes, přestože je v současné době známo již několik různých metod. Na obrázku 3 jsou znázorněny některé způsoby přípravy ve vztahu ke kvalitě připraveného grafenu, jeho množství a nákladům na výrobu. [4]



Obr.3: Metody přípravy grafenu

G – kvalita grafenu, C – výrobní náklady (nízká hodnota odpovídá vysokým výrobním nákladům), S – rozšiřitelnost, P – čistota připraveného grafenu, Y – množství výtěžku. [8]

Obecně lze tyto metody rozdělit do dvou skupin. První skupinou jsou metody, kdy výchozí surovinou pro přípravu grafenu je grafit (např. mechanické, chemické štěpení, exfoliace) a na metody kde je grafen připraven z negrafitových zdrojů (např. epitaxní růst na karbidu křemíku, chemická depozice z plynné fáze). V následujících kapitolách budou popsány ty nejvýznamnější z nich. [9]

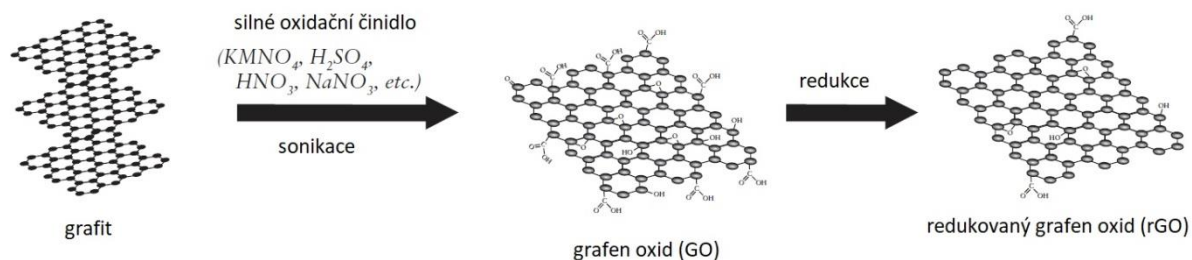
1.2.1.1 Mikromechanické štěpení

Jedná se o velmi jednoduchou metodu, pomocí které se poprvé podařilo z grafitu izolovat grafen. Je označovaná jako „metoda lepící pásky“, kde opakovaným odlupováním grafitu z objemového krystalu (tzv. exfoliace) pomocí lepící pásky získáme tenké a také i velmi

kvalitní vrstvy grafenu. Tato metoda není sice vhodná pro sériovou výrobu, ale díky své nenáročnosti je dostatečná pro laboratoře a výzkumné účely. [9]

1.2.1.2 Redukce grafen oxidu

Další možností přípravy grafenu je chemická oxidace grafitu pomocí silného oxidačního činidla (např. koncentrovaná kyselina sírová, manganistan draselný) a jeho následná redukce na grafen (obr 4).



Obr.4.: Redukce GO [10]

Molekuly obsahující kyslík pronikají mezi vrstvy grafitu a chemicky se na ně vážou. Tento proces způsobí, že se vzdálenost mezi těmito rovinami zvětšuje. Díky tomu se usnadní štěpení těchto vrstev, kterému jinak brání van der Waalsovy síly. Jelikož je oxid grafitu hydrofilní, lze jej rozptýlit ve vodě. Následuje ultrasonikace, kdy je kapalný vzorek rozrušován ultrazvukovými vlnami ve vodě nebo v jiném polárním rozpouštědle. Tímto způsobem získáme vrstvy grafenu, které jsou silně oxidované. Mluvíme tedy o grafen oxidu (GO). Úroveň oxidace GO se poté sníží redukcí navázaných kyslíkových molekul a to chemicky, fotochemicky, tepelným žíháním nebo jinými způsoby. Získáváme tedy redukovaný grafen oxid (rGO). Téměř zredukovaný GO má pak podobné vlastnosti jako samotný grafen. [9], [10]

1.2.1.3 Epitaxní růst na karbidu křemíku

Tato metoda je založena na tepelném rozkladu horní vrstvy krystalu karbidu křemíku (SiC). Vše se děje v prostředí ultravysokého vakua a při teplotě kolem 1600 °C. Při těchto podmínkách se atomy křemíku vypařují z povrchu krystalu a následně vzniká na tomto povrchu vrstva uhlíku, která se zformuje do krystalické struktury grafenu. Jako každý krystal má i karbid křemíku na svém povrchu nerovnosti, které je nutné před samotným rozkladem eliminovat. Lze toho dosáhnout žíháním krystalu při teplotě kolem 1400 °C. Díky tomu se sníží počet defektů a následující tvorba grafenu tak není nijak omezena. [9], [11]

1.2.1.4 Chemická depozice z plynné fáze

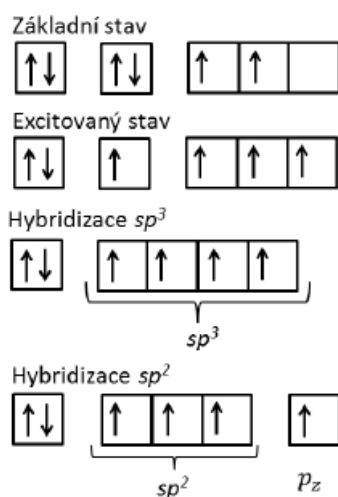
Pomocí chemické depozice z plynné fáze (Chemical vapor deposition – CVD) se vytváří velkoplošné vrstvy grafenu. Příprava probíhá tak, že plyn bohatý na uhlík (např. metan, ethan) je rozkládán při teplotě kolem 1000 °C a následně je zachytáván na povrchu kovového substrátu, který je současně katalyzátorem, za tvorby grafenu. Vše se odehrává za kontinuálního proudění směsi vodíku a argonu v poměru 1:10. Nejčastěji používaným a nejvhodnějším kovovým substrátem je měď. Často se používá i substrát z niklu. U něj ale při vysokých teplotách vznikají problémy s difuzí uhlíku do vnitřních vrstev niklu a následně

dochází k nevhodnému růstu grafenu. Od jeho použití se teda začíná pomalu upouštět a častěji se volí substrát z mědi. Ta se před použitím musí vyžítat ve vodíkové atmosféře, aby se zlepšila čistota jejího povrchu. Díky tomu se potlačí počet nukleačních míst pro grafen což má za následek růst větších monokrystalů. [5], [9]

Dle aplikace grafenu je pak nutný jeho přenos ze substrátu na jiný nosný materiál. Při této operaci je ale ve většině případů negativně ovlivněna kvalita, vlastnosti a celistvost vrstvy. Tento problém lze řešit zavedením polymerní vrstvy polymethylmethakrylátu (PMMA) na povrch grafenu, která jej dostatečně zpevní a umožní jeho přenos. I přes náročný transport vrstvy podle požadované aplikace grafenu, patří tato metoda mezi ty nejslibnější pro sériovou výrobu. [9]

1.2.2 Vlastnosti grafenu

Grafen je dvourozměrná jednoatomová vrstva uhlíků s hybridizací sp^2 orbitalů (obr.5). Atomy uhlíku jsou uspořádány v hexagonální mřížce, kde každý atom k sobě váže 3 další atomy uhlíku. Jednotlivé vazby mezi atomy jsou dlouhé 0,142 nm a svírají mezi sebou úhel 120° . Tato vazba je velice silná a díky ní má grafen velkou pevnost. [4]



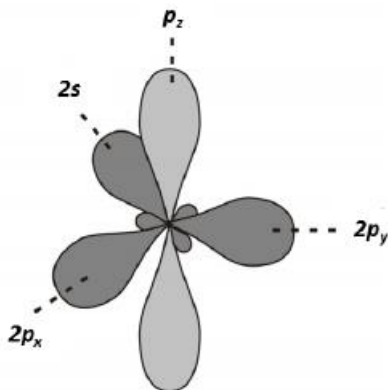
Obr.5.: Rozmístění elektronů uhlíku v základním stavu, v excitovaném stavu a ve stavu hybridizace sp^3 a sp^2 . [12]

Výjimečný zájem o tento materiál není překvapením, vzhledem k jeho vynikajícím mechanickým a chemickým vlastnostem jako je velký specifický povrch ($2630 \text{ m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$), vynikající tepelná vodivost, vysoká pohyblivost elektronů, která je $250\,000 \text{ cm}^{-2} \cdot \text{V}^{-1} \cdot \text{s}^{-1}$ při elektronové hustotě $2 \times 10^{11} \text{ cm}^{-2}$. Dále velmi vysoký Youngův modu pružnosti (1 TPa), velmi vysoká propustnost světla (až 98 %), skvělá schopnost plynutěsnosti a tak dále. Díky těmto vlastnostem našel grafen uplatnění v široké škále různých aplikací od medicíny, v elektronice až po kompozitní materiály a ve světě vědy je často nazýván „zázračným materiálem“.

Výše uvedený stručný výčet vlastností grafenu z něj činí fascinující materiál s obrovským potenciálem. Je ale nutné uvést, že tyto vlastnosti vykazuje pouze grafen, který je naprosto čistý a bez defektů ve struktuře, které často vznikají při jeho výrobě. [4], [6], [7]

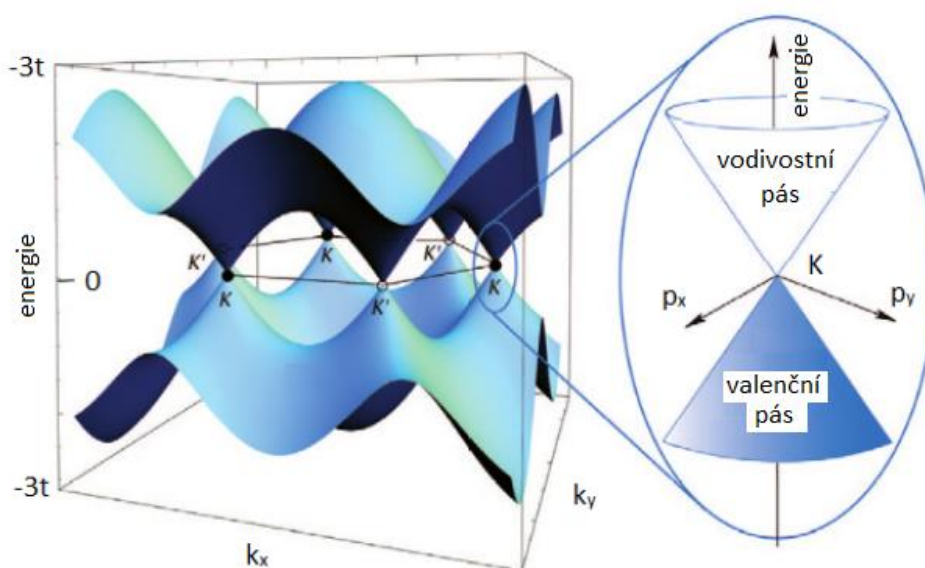
1.2.2.1 Elektrické vlastnosti

Elektrické vlastnosti grafenu jsou důsledkem hexagonální symetrie jeho krystalové mřížky. Každý atom uhlíku má jeden s orbital a tři p (p_x , p_y , p_z) orbitaly (obr.6). V rovině mřížky leží orbital s a orbitaly p_x , p_y , které nepřispívají k jeho vodivosti, ale mají podíl na silných kovalentních vazbách v mřížce. Orbital p_z je kolmý k rovině mřížky grafenu, vytváří π vazby nad a pod její rovinou a elektrony, které se na této vazbě podílejí, mají největší vliv na elektrické vlastnosti grafenu. [13], [14]



Obr.6.: Znáznornění orbitalů uhlíku v hybridizaci sp^2 [12]

Zaplněný valenční pás a prázdný vodivostní pás, které se dotýkají ve dvou bodech (K a K') tzv. Diracovy body, vytvářejí pro grafen tak typické energetické spektrum kuželovitého tvaru bez přítomnosti zakázaného pásu (obr.7). Grafen je tedy polovodič s nulovým zakázaným pásem. Na rozdíl od běžných polovodičů, které mají valenční a vodivostní pás odděleny pásem zakázaných energií, jsou jeho elektrony díky tomu považovány za částice s nulovou efektivní hmotností. Rychlost elektronů grafenu je asi $10\times$ větší než střední rychlosti elektronů v nejlepších polovodičích dnešní doby. [15]



Obr.7.: Energetické pásy grafenu [16]

1.2.2.2 Mechanické vlastnosti

Grafen patří k nejpevnějším změřeným materiálům na světě. Jeho pevnost v tahu byla stanovena na 130 GPa. Grafen o jedné vrstvě je dokonce více než 200× silnější než ocel a jeho Youngův modul pružnosti je 1 TPa. Nutno podotknout, že mechanické vlastnosti grafenu jsou závislé na počtu jeho vrstev. Bylo dokázáno, že monovrstva grafenu je velmi pevná a stabilní. Pokud ji ale porovnáme s jeho dvouvrstvou, dostaneme nižší hodnoty, jelikož u dvouvrstevnatého grafenu může při smykovém namáhání dojít k vzájemnému skluzu mezi vrstvami. [4],[15]

1.2.2.3 Tepelné vlastnosti

Díky tomu, že atomy uhlíku jsou ve struktuře grafenu silně spojeny, což zabraňuje rozpadu vazeb vlivem tepelných vibrací, je jeho tepelná vodivost velmi vysoká. Její hodnota byla stanovena na $5000 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ při pokojové teplotě, což přesahuje hodnoty tepelné vodivosti jak diamantu, tak i grafitu. Zároveň grafen řadí mezi nejlepší vodiče tepla, jehož hodnota tepelné vodivosti je až 10× vyšší než stříbra a mědi. [5], [4]

1.2.2.4 Chemické vlastnosti, reaktivita

Čistý grafen je spíše nereaktivní a s malými molekulami nebo polymery tvoří slabé interakce, což omezuje jeho aplikaci. Úprava jeho povrchu (funkcionalizace) je tedy v tomto případě nutností a to zavedením reakčních funkčních skupin jako je například hydroxylová, karboxylová, halogenová nebo aminoskupina. [4], [10]

Tato úprava grafenu je často nezbytná také pro zlepšení jeho disperze v polymerní matici, kde chemická povrchová modifikace zabraňuje aglomeraci vrstev grafenu.

1.2.3 Funkcionalizace grafenu

Hlavním problémem při funkcionalizaci grafenu je, jak již bylo zmíněno výše, jeho chemická inertnost. Jedná se v podstatě o homogenní materiál s vysoce delokalizovanou strukturou. Chemické reakce obvykle probíhají v místech, kde jsou přítomny labilní vazby, radikály nebo lokalizované náboje. Ovšem ani jedno z nich v grafenu přítomno není. Povrch grafenu je téměř nedostupný díky přítomnosti silného π -systému. Proto se chemické reakce uskutečňují hlavně na okrajích grafenové struktury. Aby docházelo k reakcím i na povrchu, je nutné překonat vysokou energetickou bariéru a použít reaktanty o vysoké energii (radikály, silné kyseliny, vodík, fluor, atd.). [10], [17]

Pro funkcionalizaci grafenu se používají dva typy modifikací. Kovalentní, kde dochází k vytváření kovalentních vazeb a nekovalentní, při které dochází pouze k intramolekulární interakci. Kovalentní povrchová modifikace je úzce spojena s rehybridizací uhlíkových atomů z sp^2 do hybridizace sp^3 . Lze toho dosáhnout různými reakcemi, jako je substituce, adice a kondenzace. Funkcionalizace grafenu pomocí substituce lze dosáhnout *in situ* CVD metodou, kdy dostáváme homogenně funkcionalizovaný grafen, jelikož k reakci dochází již během růstu grafenu. Grafen lze dopovat i po jeho přípravě a to například pomocí plazmy, která obsahuje dané molekuly heteroatomu. Zde ale dochází k funkcionalizaci pouze na povrchu grafenu. [17]

Velká část kompozitů obsahuje nekovalentní systém, kde polymerní matrice a plnivo interagují prostřednictvím poměrně slabých mezifázových disperzních sil. Ale co se grafenu

týče, zde je téměř nutné zavádění kovalentních vazeb mezi polymerní maticí a grafen. Tvorba kovalentních vazeb umožňuje efektivnější rozptyl síly při mechanickém namáhání materiálu. Avšak kovalentní funkcionizace u grafenu způsobuje narušení delokalizace elektronů a snížení jeho vodivosti. [10]

Nejvhodnějším heteroatomem pro funkcionizaci je dusík, jelikož má přibližně stejnou velikost jako atom uhlíku ve struktuře grafenu. Nejčastěji se používá dusík pyridinový, pyrrolový nebo kvartétní dusík. Nejlepší vlastnosti grafenu ale dostaneme při použití pyridinového dusíku, jelikož je termodynamicky stabilní a vykazuje velkou pevnost. Dále velmi častým kovalentně vázaným derivátem grafenu je tzv. grafan a fluorografen. Grafan se připravuje hydrogenací působením par, ve kterých jsou přítomny atomy vodíku, a nebo pomocí vodíkového plazmatu. Co se týče fluorografenu, ten se připravuje fluorací grafenu pomocí fluoračního činidla ve formě F_2 , nebo XeF_2 , nebo také exfoliací fluoridu grafitu v kapalně fázi. Jak grafan tak i fluorografen je oproti grafenu víc průhledný a také zvyšuje jeho elasticitu díky tomu, že aromatická struktura grafenu je nahrazena σ -vazbami. [18]

V současné době se ale jako základ pro přípravu polymerních nanokompozitů s přídavkem grafenu používá hlavně grafen oxid (GO).

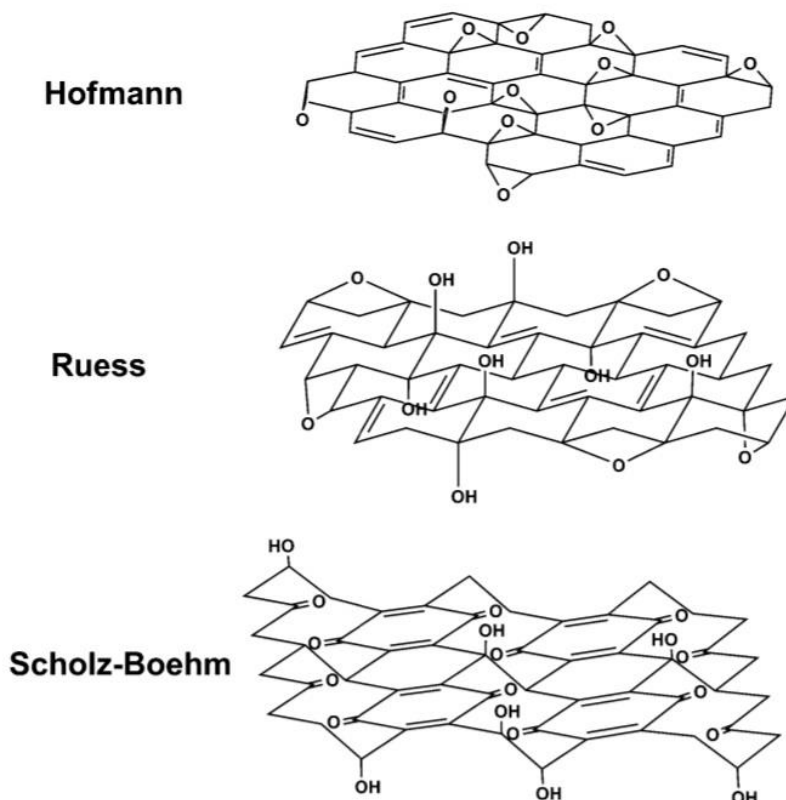
1.3 Grafen oxid

GO je jednoatomová vrstva grafenu, který má na svém povrchu přítomny různé funkční skupiny obsahující kyslík (epoxidové, hydroxylové,...) a připravuje se oxidací grafitu tzv. Hummerovou metodou, případně jejími modifikacemi.

Tato metoda byla vyvinuta roku 1958 a spočívá v tom, že na čistý uhlík ve formě grafitu jsou pomocí oxidační směsi navázány kyslíkaté skupiny. Oxidační směs je tvořena manganistanem draselným, koncentrovanou kyselinou sírovou a přídavkem dusičnanu sodného jako katalyzátoru. Výhodou této metody je to, že GO lze získat poměrně rychle (během několika hodin), je ekonomická a GO lze tímto způsobem produkovat ve velkém množství. Nevýhoda ale spočívá v tom, že během přípravy se produkují toxické plyny (N_2O_4 , NO_2). V současné době se tedy používají modifikace Hummerovy metody, u kterých je eliminováno uvolňování toxických par. Namísto dusičnanu sodného se do reakční směsi přidává kyselina fosforečná. Plně oxidovaný GO vykazuje atomový poměr uhlíku ku přítomným kyslíkům cca 2:1. Pro zjištění stupně oxidace GO se používají různé spektroskopické techniky, jako je například rentgenová fotoelektronová spektroskopie (XPS), infračervená spektroskopie s Fourierovou transformací (FTIR) nebo nukleární magnetická rezonance (NMR). [18], [19]

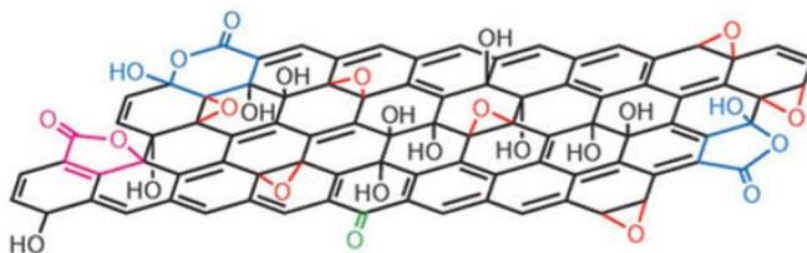
Chemická struktura a distribuce kyslíkatých skupin na povrchu GO je předmětem řady diskuzí a dodnes nebyl nalezen jednoznačný model, který by popisoval složitost tohoto materiálu. Většina starších strukturních modelů navrhovaly pravidelné složení GO, tedy přesné opakování kyslíkatých skupin. Prvním modelem byl Hofmannův, který obsahoval pouze epoxidové skupiny rozložené v rovině GO. Dle něj byl určen stechiometrický vzorec C_2O . Tento model v roce 1946 upravil Ruess a začlenil do roviny GO i hydroxylové skupiny a také navrhoval přesně se opakující rozložení kyslíkatých skupin. Podle tohoto modelu byly kyslíkaté skupiny pravidelně navázány na $\frac{1}{4}$ uhlíkatých cyklohexanů v mřížce. V polohách 1 a 3 byla na cyklohexanu navázána epoxidová skupina a v poloze 4 hydroxylová. V roce 1969

byl navržen další model a to model Scholz–Boehm, který zcela odstranil epoxidové skupiny a nahradil je etherovou skupinou. Tyto tři modely jsou vyobrazeny na obrázku 8. [8], [20]



Obr.8.: Přehled modelů popisujících strukturu GO [20]

Nejnovější modely ovšem odmítají pravidelné rozložení kyslíkatých skupin a jsou založeny na nestechiometrickém složení GO. Nejznámějším a momentálně nejuznávanějším modelem je model Lerf–Klinowski (obr.9). Klíčovými znaky tohoto modelu je to, že rovina GO obsahuje neoxidované benzenové kruhy a alifatické šestičlenné kruhy s hydroxylovou skupinou a epoxidovou skupinou vázanou v poloze 1 a 2. Dalším znakem je, že umístění hydroxylových a epoxidových skupin je velmi blízké a jejich distribuce je náhodná. Dále také tento model uvádí, že na okrajích uhlíkových vrstev jsou umístěny karboxylové skupiny. Poslední výzkumy dokonce potvrdily přítomnost pěti- a šestičlenných kruhových laktonů, které se nachází také na okrajích vrstev. [17]



Obr.9.: Strukturní Lerf-Klinowski model GO

modrá – laktonové kruhy, fialová – ester, černá – hydroxylová skupina, červená – epoxidová skupina, zelená – ketonová skupina. [17]

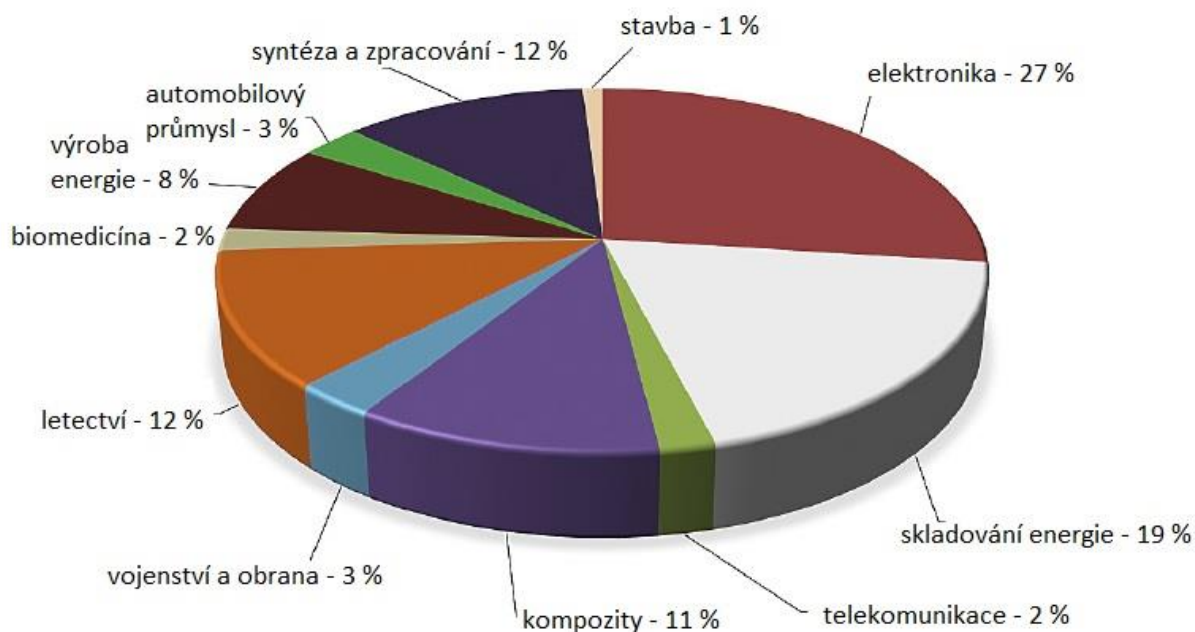
Kyslíkaté skupiny, které jsou díky oxidaci přítomny na povrchu GO, narušují π -systém a díky tomu poskytují reaktivní místa. Případně i pro další chemickou modifikaci. Například epoxidové skupiny na GO se obecně využívají jako hlavní reaktivní místo pro modifikátory ve formě organických aminů (alifatické a aromatické aminy, aminokyseliny, atd.). Aminová funkční skupina velmi snadno napadá a otevírá epoxidový kruh již za laboratorní teploty a ve vodném prostředí. Díky tomu je tato metoda vhodná pro velkokapacitní výrobu.

Zároveň jsou také odpovědné za hydrofilní charakter GO. Díky tomu se dobře rozptýluje ve vodě, některých organických rozpouštědlech a také velmi dobře i v polymerních matricích, kterým také silně zvyšuje mechanické vlastnosti. [17], [20]

GO se stal v podstatě univerzálním materiálem pro aplikaci v nanokompozitech. Jeho výroba je na rozdíl od grafenu ekonomičtější a energeticky méně náročná. Jedinou jeho nevýhodou je ale to, že pokud chceme získat materiál, který bude vodivý, je nutné GO redukovat. Redukcí dojde k odstranění některých funkčních skupin kyslíku, které generovaly strukturní defekty, narušovaly delokalizaci elektronů a snižovaly vodivost. Získáme tak rGO, který ale díky absenci kyslíkatých skupin ztrácí schopnost rozptýlu v rozpouštědle, nebo matrici a má tendenci vytvářet agregáty. [17]

1.4 Polymerní nanokompozity s přídavkem grafenu

Grafen, tedy hlavně jeho chemicky modifikované deriváty, jsou hojně využívány jako plniva při přípravě polymerních nanokompozitů. Tyto kompozity díky nim vykazují mnohem lepší vlastnosti. Jsou velmi lehké a mají vynikající mechanické, optické, elektrické a tepelné vlastnosti a to již při jejich nízkém obsahu, díky čemuž nacházejí velké uplatnění. Na obrázku 10 je procentuálně znázorněna aplikace těchto nanokompozitů. [4], [10]



Obr.10.: Aplikace nanokompozitů na bázi grafenu [21]

V současné době je největším problémem to, že většina nanokompozitů s přídavkem grafenu se obvykle vyrábí s vícevrstevným grafenem a to kvůli omezené dodávce grafenu jednovrstvého. Dalším problémem je to, že při použití derivátů grafenu narážíme na to, že tyto deriváty nemají shodnou strukturu, morfologii, rozměry a počet vrstev. Vlastnosti vzniklých nanokompozitů se proto obtížně udržují konstantní, i když jsou tyto kompozity vyrobeny stejným způsobem. [4], [10]

V praxi se využívají tři hlavní metody pro výrobu polymerních nanokompozitů s přídavkem grafenu. Tyto metody se volí dle typu matrice a jedná se o míchání roztoků, míchání tavenin a polymeraci *in situ*.

1.4.1 Metody přípravy

1.4.1.1 Příprava mícháním roztoků

Míchání roztoků je nejčastěji používanou technikou pro výrobu polymerních nanokompozitů s přídavkem grafenu. Je to díky její jednoduchosti, jelikož většina polymerů je snadno rozpustná v běžných vodních a organických rozpouštědlech jako je aceton, chloroform, dichlormethan nebo voda. Dále díky rozsáhlé aplikaci a také díky tomu, že nevyžaduje speciální vybavení. [4], [15]

Princip spočívá v tom, že polymer je solubilizován ve vhodném rozpouštědle a smíchán s roztokem dispergované suspenze grafenu nebo GO. Rozpustnost a disperzita grafenu jak v rozpouštědle, tak v polymerní matrici je v tomto případě jednou z překážek a grafen se musí vhodně modifikovat. Dále je nutné si u této metody dát pozor na opětovnou agregaci grafenových vrstev, která může nastat během odpařování rozpouštědla.

V některých případech, zejména při použití rozpouštědla ve formě vody, lze dosáhnout homogenního promíchání i pomocí ultrazvuku což je výhodné zvláště u polymerů, které jsou ve vodě rozpustné. Mezi ně patří například polyvinylchlorid (PVC). Dalšími polymery, u kterých lze tuto metodu použít, je například polymethylmethakrylát (PMMA), polyurethan (PU) nebo polykaprolakton (PCL). [4], [15]

1.4.1.2 Příprava mícháním tavenin

Při tomto způsobu přípravy se grafen nebo GO mísí za vysokých teplot s využitím smykových sil s polymerní matricí, která je v roztaveném stavu. Díky tomu odpadáva potřeba používání rozpouštědel, která jsou často toxická. Zároveň je tato metoda přípravy nákladově efektivnější. [4], [15]

Tato metoda našla velké využití u termoplastických polymerů, jako je například polypropylen (PP), polystyren (PS) nebo polyethyltereftalát (PET). Avšak jejím hlavním nedostatkem je to, že disperze plniva v matrici je zde oproti ostatním metodám slabší a to kvůli tomu, že díky velkému smykovému namáhání při míchání dochází k poškození vrstev grafenu a nebo, pokud je použit GO, dochází při vysokých teplotách k redukci funkčních skupin. To může znesnadnit homogenní disperzi plniva zvláště u nepolárních polymerů. [4]

1.4.1.3 Příprava polymerací *in situ*

Při této metodě se monomery a grafen mísí dohromady, v některých případech i za přítomnosti katalyzátoru. Poté následuje iniciace polymerace nejčastěji teplem nebo zářením.

Hlavní výhodou této metody je silná interakce mezi plnidlem a polymerní matricí a také to, že výsledkem je nanokompozit s velmi dobrou disperzí plniva. Typickým příkladem polymeru, u kterého lze této metody využít je epoxidová pryskyřice (EP). [4], [15]

1.4.2 Obecné vlastnosti

1.4.2.1 Mechanické vlastnosti

Podobně jako u jiných kompozitů i zde závisí mechanické vlastnosti na koncentraci plniva, jeho rozložení a vazbě na rozhraní matrice a plniva. Již velmi malá koncentrace grafenu ($0,1 \pm 0,002$ % hm.) posunuje jeho teplotu skelného přechodu k vyšším teplotám, což lze připsat změně pohyblivosti polymerních řetězců na rozhraní matrice a plniva. Dále viditelně zlepšuje mechanické vlastnosti nanokompozitu a při této koncentraci se Youngův modul pružnosti může zvýšit až o 30 % a pevnost v lomu o 40 %. Což lze připisovat účinnému přenosu napětí mezi grafenem a polymerní matricí, mezi kterými jsou přítomny kovalentní vazby. Lze také pozorovat i zlepšení lomové houževnatosti, odolnost materiálu proti únavě a i proti oděru. Avšak základní mechanismy vytvrzování nejsou stále ještě dobře prozkoumány a chápány. [15]

1.4.2.2 Elektrické vlastnosti

Jednou z nejvíce fascinujících vlastností grafenu je jeho vynikající elektrická vodivost. Při jeho použití jako plnidla v izolační polymerní matrici může vodivý grafen výrazně zlepšit elektrickou vodivost kompozitu. Hlavním faktorem určující vodivost daného kompozitu je tzv. perkolační práh. Jedná se o kritický obsah částic plniva, kdy se začne daný materiál chovat jako vodič. Dojde k vytvoření řetězce, ve kterém jsou částice plniva v přímém kontaktu. [15], [17]

Celkové elektrické vlastnosti opět závisí na způsobu přípravy, druhu matrice a rozptýlu částic. Avšak dokonalá disperze částic nemusí nutně znamenat, že dojde k dosažení perkolačního prahu. Může dojít k tomu, že i tenká vrstva polymeru velmi dobře rozdispergované částice tak dobře obalí, že znemožní vznik vodivé sítě. Bylo dokázáno, že kompozity s homogeně orientovanou výplní vykazovaly vyšší hodnotu perkolačního prahu, která byla i dvakrát vyšší než u kompozitů s náhodně orientovanou výplní. Mírná agregace plniva tedy může snížit prahovou hodnotu perkolace a zlepšit tak elektrickou vodivost nanokompozitů. [15]

Polymerní nanokompozity díky získaným elektrickým vlastnostem poté mohou najít využití jako senzory, průhledné elektrody, solární články a jiné.

1.4.2.3 Tepelné vlastnosti

I zde se výjimečné tepelné vlastnosti grafenu využívají ke zlepšení tepelné stability a vodivosti nanokompozitů. Díky jeho 2D geometrie dojde ke snížení mezifázového tepelného odporu. Základem tepelného vedení jsou fonony, což jsou tzv. kvazičástice, které zprostředkovávají výměnu vibrační energie v krystalové mřížce. Díky přítomným kovalentním vazbám v nanokompozitu dochází ke snížení rozptýlu těchto fononů na rozhraní matrice a grafenu, což má za následek zvýšení jejich tepelné vodivosti a to až desetkrát.

Takové výrazné zlepšení ovšem vyžaduje vysokou koncentraci plniva a to 20 % hm. nebo dokonce i vyšší. [17]

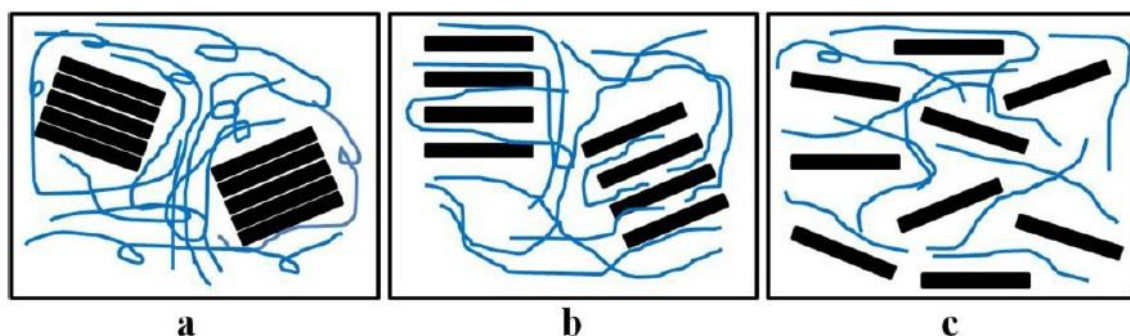
1.4.3 Vztah mezi strukturou a vlastnostmi

Je zřejmé, že grafen má spoustu skvělých vlastností, díky kterým může zlepšit mechanické, elektrické a tepelné vlastnosti polymeru. Je ale nutné překonat řadu problémů, aby měl výsledný kompozit co nejlepší vlastnosti a bylo možné jej využít v praxi. Vlastnosti těchto kompozitů závisí na interakci mezi grafenem a polymerní maticí. [17]

1.4.3.1 Efekt mikrostruktury

Ke zkoumání disperze grafenových částic v kompozitech se používá transmisní elektronový mikroskop (TEM) a malouhlý rozptyl rentgenových paprsků (SAXS). Pomocí obou metod lze získat strukturní informace o daném vzorku. Konkrétně tak můžeme základní informace o velikosti a uspořádání částic, vzdálenosti mezi těmito částicemi, velikosti pórů a další.

V nanokompozitech s příměsí grafenu může plnivo existovat v různých formách. Jedná se o skládanou, interkalovanou a exfoliovanou formu (obr 11.).



Obr.11.: Disperze plniva v nanokompozitu na bázi grafenu
a – skládaná fáze, b – interkalovaná fáze, c – exfoliovaná fáze [15]

Skládaná fáze se v kompozitu může vyskytovat, pokud polymer není schopný interkalovat mezi grafenové desky, nebo pokud nedošlo k dokonalému oddělení během příprav grafenu. Další možností může být také to, že došlo k nevratné aglomeraci grafenu, vlivem silné interakce mezi jeho vrstvami a vzniku van der Waalsových sil.

U exfoliované fáze má naopak grafen největší možný mezifázový kontakt s polymerní maticí. Díky tomu můžeme pozorovat zakřivený tvar grafenu. Tento deformovaný tvar vytváří vrásčitý povrch a může vést k tomu, že dojde k zaplétání a zvyšují se tak mechanické vlastnosti kompozitu. Avšak toto zvrásnění může také snížit vlastnosti grafenu a to konkrétně tepelné a elektrické. [17]

2 EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

2.1 Použité materiály

Pro přípravu kompozitů plněné grafenem byly zvoleny dvě polymerní matrice. První byla epoxidová pryskyřice L 285 (M.G. Scheufler). Laminační pryskyřice s nízkou viskozitou neobsahující rozpouštědla, která byla určena na vytvrzování při laboratorní teplotě. Druhou byla polyesterová pryskyřice SYNOLITE™ 8388-P-1 (Aliancis quality resins). Jednalo se o nízkoviskózní, středně reaktivní DCPD(dicyklopentadien) pryskyřici bez obsahu monomerních aminů.

Dále byly pro přípravu kompozitů jako plniva zvoleny dva typy grafenu. Prvním byl grafen 21 E, který byl oxidován NaClO. Druhým byl grafen 43 H, který byl oxidován H₂O₂. Tyto grafeny byly dávkovány v koncentraci 0,02 % hm, 0,01 % hm a 0,5 % hm.

Dle typu pryskyřice bylo zvoleno vhodné dispergační činidlo. Tyto činidla zabraňovala flokulaci částic a také udržovala částice v systému po delší dobu ve vznosu.

Pro epoxidové systémy byly k dipozici tyto typy (výrobce BYK Additives & Instruments):

- DISPERBYK–2152: bezemisní, vysoce rozvětvená smáčecí a dispergační přísada pro epoxidové systémy bez rozpouštědel. Na bázi vysoce rozvětveného polyesteru. Dávkování na obsah plniva v kompozitu (100 % hm.).
- DISPERBYK–111: činidlo bez obsahu rozpouštědla se silně sníženou viskozitou na bázi kopolymeru s kyselými skupinami. Dávkování na obsah plniva v kompozitu (10 % hm.).
- BYK–9076: bezbarvé činidlo bez rozpouštědla na bázi akrylamoniové soli kopolymeru s vysokou molekulovou hmotností. Dávkování na obsah plniva v kompozitu (50 % hm.).

Dispergační činidlo pro polyesterový systém (výrobce BYK Additives & Instruments):

- DISPERBYK–163: na bázi roztoku blokového kopolymeru s vysokou molekulovou hmotností s pigmentovými afínickými skupinami. Dávkování na obsah plniva v kompozitu (100 % hm.).

Dle typu pryskyřice bylo zvoleno vhodné odpěňovadlo. Jejich funkce spočívá v tom, že díky nim dochází k rychlému vzlínání bublin plynu směrem k povrchu, které vznikají mechanickými operacemi (míchání,...). Bubliny na povrchu prasknou a neunáší s sebou k povrchu plnidlo.

Odpěňovadla vhodná pro epoxidový systém (výrobce BYK Additives & Instruments):

- BYK–A 530: na bázi roztoku odpěňovacích polymerů a polysiloxanů. Dávkování na hmotnost celého systému bez tužidla (2 % hm.). Vhodný i pro polyesterové systémy.
- BYK–066 N : na bázi odpěňovacích polysiloxanů. Dávkování na hmotnost celého systému bez tužidla (1 % hm.).

Odpěňovadla vhodná pro polyesterový systém (výrobce BYK Additives & Instruments):

- BYK–A 530: univerzální odpěňovadlo. Popsáno výše.

- BYK–A 550: na bázi roztoku odpěňovacího polymeru, bez obsahu silikonů. Dávkování na hmotnost celého systému bez tužidla (1 % hm.).

Dále bylo dle typu polymerního systému použito vhodné tužidlo.

Tužidlo pro epoxidový systém:

- MGS 285 (M.G. Scheufler): složení nebylo v technickém listu uvedeno. Dávkuje se 5 g tužidla na 10 g pryskyřice.

Tužidlo pro polyesterový systém:

- BUTANOX M–50 (Akzo Nobel): tužidlo na bázi methylketonperoxidu v dimethylftalátu. Dávkování na hmotnost polyesterové pryskyřice (4 % hm.).

2.2 Výběr vzorků

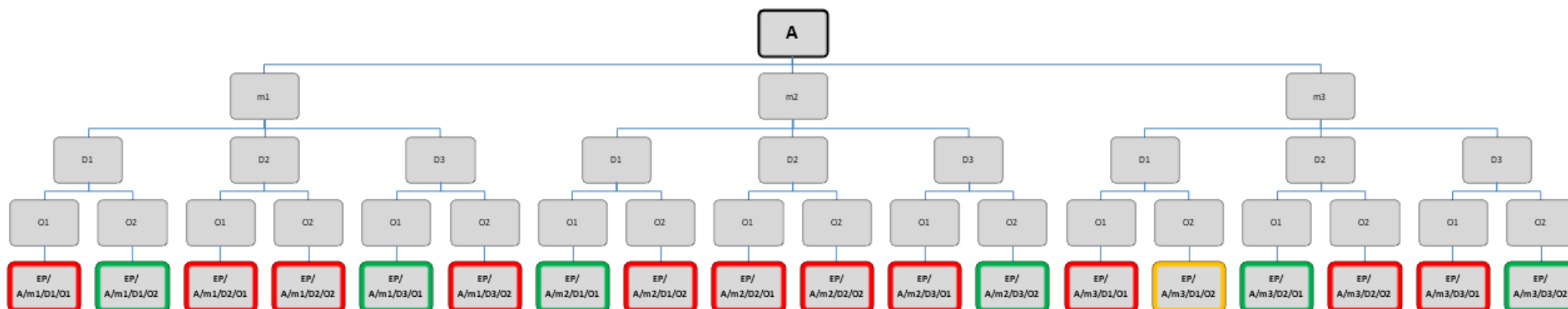
Vzhledem k velkému množství výše popsaného materiálu, byly vzorky kompozitního materiálu připraveny kombinací vybraných parametrů, což byl typ a množství grafenu, typ dispergačního činidla a odpěňovadla. Jejich výčet a označení jsou uvedeny v tabulce 1. Na následující straně je uvedena mapa jednotlivých vzorků a jejich složení, tedy kombinace vybraných parametrů (obr.12).

Bylo tak určeno 32 kombinací pro epoxidové systémy a 12 pro systémy polyesterové. Z těchto kombinací bylo náhodně vybráno 14 sad (210 ks vzorků) pro epoxidový systém a 6 sad (90 ks vzorků) pro polyesterový systém. K tomu byly zároveň připraveny „blanky“, tedy čisté pryskyřice bez plniva a dispergačního činidla pro srovnání s plněnými kompozity. Náhodný výběr sad byl proveden díky pozdějšímu využití tzv. umělé neuronové sítě (ANN), pomocí které měly být optimalizovány získané výsledky. Avšak díky časové náročnosti výpočtu a hledání vhodného modelu bylo od tohoto kroku opuštěno.

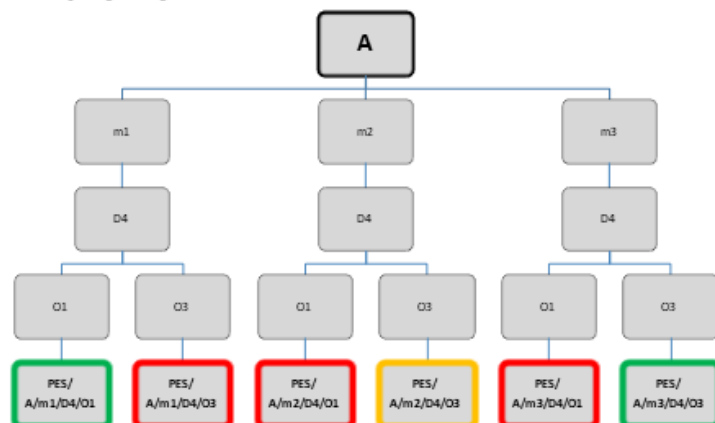
Tab.1.: Výčet a označení proměnných parametrů

	značení	parametr
typ grafenu	A	21 H
	B	43 H
obsah grafenu	m1	0,02 % hm.
	m2	0,1 % hm.
	m3	0,5 % hm.
dispergační činidla	D1	DISPERBYK-2152
	D2	DISPERBYK-111
	D3	BYK-9076
	D4	DISPERBYK-163
odpěňovadlo	O1	BYK-A-530
	O2	BYK-066 N
	O3	BYK - A555

epoxidová pryskyřice (18 typů vzorků)



polyesterová pryskyřice (6 typů vzorků)



typ grafenu:

A = „21 E“

obsah grafenu :

m1 = 0,02 % hm.

m2 = 0,1 % hm.

m3 = 0,5 % hm.

smáčecí/dispergační aditiva:

D1 = DISPERBYK-2152 (pro epoxidové pryskyřice)

D2 = DISPERBYK-111 (pro epoxidové pryskyřice)

D3 = BYK-9076 (pro epoxidové pryskyřice)

D4 = DISPERBYK-163 (pro polyesterové pryskyřice)

odpěňovadlo:

O1 = BYK-A-530 (univerzální)

O2 = BYK-066 N (pro epoxidové pryskyřice)

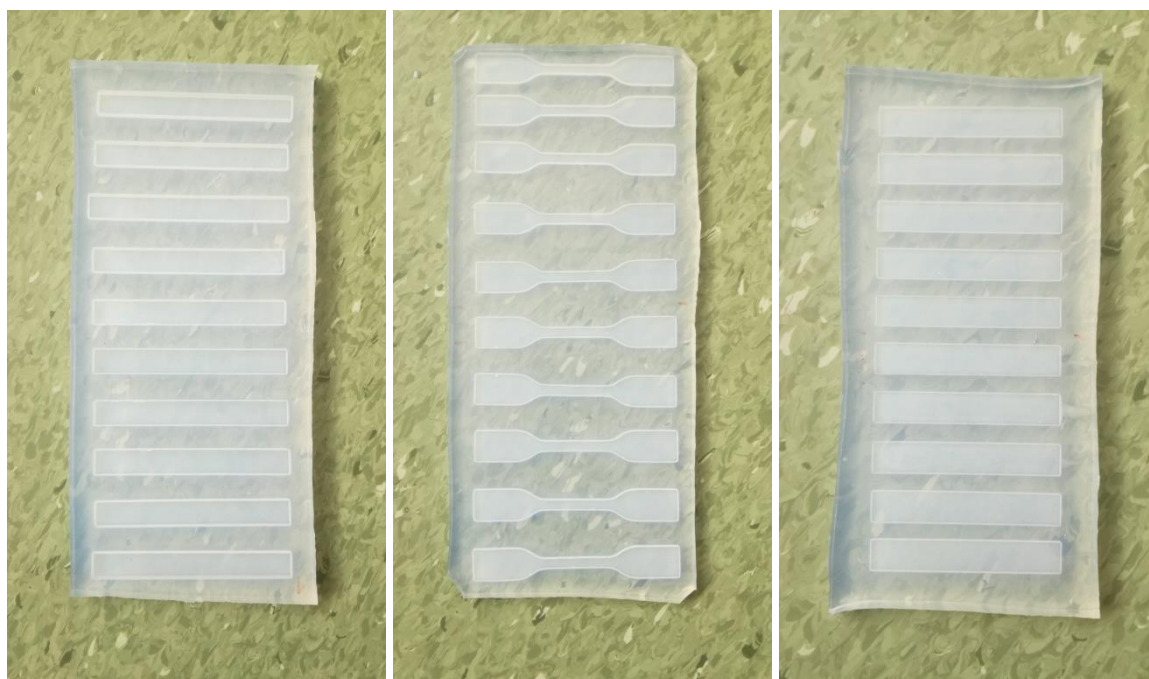
O3 = BYK-A 555 (pro polyesterové pryskyřice)

Obr.12.: Mapa kombinací pro přípravu jednotlivých typů vzorků (mapa pouze pro jeden typ grafenu, pro druhý typ byly kombinace stejné)
červená – vzorky nebyly připraveny, žlutá – vzorky, které byly připraveny, ale nezadávaly se do ANN a sloužily jako kontrolní, zelená – připravené vzorky

2.3 Příprava kompozitu a testovacích tělísek

Příprava epoxidového a polyesterového systému se od sebe v určitých bodech lišily, zachováno bylo pouze pořadí míchání jednotlivých komponentů.

Postup pro přípravu epoxidového systému vypadal následovně. Nejprve bylo do kelímku naváženo příslušné množství určeného dispergátoru, odpěňovadla a epoxidové pryskyřice. Tato směs byla míchána pomocí elektromagnetické míchačky 5 min při otáčkách 360 rpm. Poté bylo přidáno vypočítané množství určeného typu grafenu. Směs byla míchána 15 min při otáčkách 400 rpm. Poté bylo přidáno vypočítané množství tužidla a směs byla míchána dalších 10 min opět při otáčkách 400 rpm. Následně byl kelímek umístěn do vakuové sušárny, kde byl ponechán 10 min při tlaku 0,04 bar. Poté byl připravený kompozit stříkačkou nalit do silikonových forem na testovací tělíska. Byly použity tři typy forem: formy na testovací tělíska pro ohybovou zkoušku, tahovou zkoušku a pro dynamicko–mechanickou analýzu (DMA) (obr 13).



Obr.13: Formy pro přípravu testovacích tělísek

zleva: forma na tělíska pro ohybovou zkoušku, forma na tělíska pro tahovou zkoušku, forma na tělíska pro DMA

Postup pro přípravu polyesterového systému by obdobný až s tím rozdílem, že reakční směs se musela po celou dobu přípravy chladit v ledové lázni, aby se zpomalil průběh vytvrzovací reakce. Nejprve bylo do kelímku naváženo vypočítané množství příslušného odpěňovadla, dispergačního činidla a polyesterové pryskyřice. Tato směs byla míchána 5 min pomocí elektromagnetické míchačky při otáčkách 360 rpm. Směs již byla umístěna v ledové lázni, aby se stihla dostatečně ochladit do té doby, než bylo přidáno tužidlo. Následně bylo přidáno vypočítané množství určeného typu grafenu a směs byla míchána dalších 8 min při otáčkách 400 rpm. Poté bylo přidáno tužidlo a směs byla míchána 3 min opět při otáčkách

400 rpm. Následně byl kelímek umístěn do vakuové sušárny, kde byl ponechán 10 min při tlaku 0,2 bar. Poté byla připravena testovací tělíska.

Příprava čistých pryskyřic bez plniva byla stejná, pouze se nepřidalo dispegrační činidlo a vynechal se krok, ve kterém se přidával grafen.

2.4 Použité metody

2.4.1 Stanovení ohybových vlastností

Měření proběhlo na univerzálním zařízení *ZWICK Z 010 (Zwick Roell)* jako tříbodý ohybový test v uspořádání, jaké je zobrazené na obrázku 14. Měření proběhlo dle normy ISO 178. Rozměry testovacích tělísek byly $1 \times 0,4 \times 8$ cm. Při měření byla použita hlava o kapacitě 1 kN a zátěžová rychlost byla 2 mm/min. Měření probíhalo až do lomu tělísek a jeho výsledkem byla grafická závislost působícího napětí na deformaci.



Obr.14.: Uspořádání při tříbodém ohybu

2.4.2 Stanovení tahových vlastností

Měření proběhlo na univerzálním zařízení *ZWICK Z 010 (Zwick Roell)*. Tělísko ve tvaru „dog bone“ bylo do čelistí stroje uchyceno za rozšířené uchopovací části, jak je zobrazeno na obrázku 15. Měření proběhlo dle normy ISO 527–1/2. Typ tělíska byl 5A. Při měření byla použita hlava o kapacitě 1 kN a zátěžová rychlost byla 2 mm/min. Měření probíhalo až do porušení tělísek. Jeho výsledkem byla tahová křivka, která zobrazovala závislost působícího napětí na deformaci.



Obr.15: Uspořádání při tahové zkoušce

2.4.3 Dynamicko–mechanická analýza (DMA)

Jedná se o termickou analytickou metodu, během které je testovací tělísko vystaveno určitému teplotnímu programu a zároveň s tím je i mechanicky namáháno ve formě vibrací o zvolené frekvenci a amplitudě. Takové namáhání vytváří v materiálu časově proměnné napětí, které souvisí s fázovou a molekulární strukturou daného materiálu. Tímto způsobem lze stanovit fázové přeměny jako je skelný přechod, tání, krystalizaci materiálu a jiné. Při tomto měření lze využít několik nástavců na uchopení vzorku. V tomto případě to bylo trojbodové uspořádání pro ohyb.

Testování proběhlo na zařízení *RSA–62 TA Instruments*. Tělíska o rozměrech $0,1 \times 0,8 \times 5$ cm byla namáhána při frekvenci 1 Hz a deformaci $2 \cdot 10^{-3}$, při teplotním intervalu 40–120 °C s rychlostí ohřevu 3 °C/min.

2.4.4 Rastrovací elektronový mikroskop (SEM)

Jde o velmi častou metodu pro zobrazování a analýzu povrchu materiálů. Principem je interakce svazku primárních elektronů s povrchem tělesa, kdy dochází k uvolnění sekundárních elektronů, které jsou poté detekované. Vše se děje ve vakuované komoře.

V našem případě byla snímána lomová plocha testovacích tělísek a to rastrovacím elektronovým mikroskopem EVO LS 10 od firmy ZEISS. Lom byl proveden po ochlazení v tekutém dusíku.

2.4.5 ANN

Umělé neuronové sítě (ANN) patří do rodiny tzv. metod umělé inteligence, které byly inspirovány neurobiologií a architekturou lidského mozku a používají se k objasnění složitých procesů včetně biologických, chemických, inženýrských a environmentálních procesů.

ANN je výpočetní model vytvořený z určitého počtu jednotek, umělých neuronů nebo uzlů, které jsou navzájem propojené. Ke každému spojení jsou přiřazeny některé koeficienty. Může být použito mnoho různých architektur těchto sítí. Síť je obvykle konstruována se třemi nebo více vrstvami tj. vstupem, výstupem a jednou nebo více skrytými vrstvami.

Použití ANN je výhodné, když průmyslové procesy zahrnují nelineární nebo složitou kinetiku, která nemusí nutně být známa nebo určena. Model ANN také umožňuje předvídat chování systému za podmínek, které dosud nebyly aplikovány na žádný experiment, výběru perspektivních podmínek a provedení jiného omezeného počtu experimentů. Přístup jako modelování nebo predikční experimenty představují algoritmus optimalizace složitých technologických procesů s nižšími náklady.

Z důvodu časové náročnosti výpočtu, nakonec metoda použita nebyla.

3 VÝSLEDKY A DISKUZE

Vzhledem tomu, že pro použití ANN byl výběr vzorků náhodný, bylo obtížné diskutovat získané výsledky, jelikož tato metoda nakonec použita nebyla. Kombinace parametrů u připravených vzorků byla tak nahodilá a rozlišná, že je nebylo možné systematicky porovnávat. I přes tyto komplikace bylo nakonec z připravených vzorků vybráno 7 sad (tab.2), u kterých byly kombinace parametrů již do jisté míry systematicky uspořádány a naměřené výsledky se již daly porovnávat.

Tab.2.: Přehled 7 vybraných sad

epoxidový systém	polyesterový systém
EP/B/m1/D3/O1	PES/B/m1/D4/O1
EP/B/m3/D2/O1	PES/B/m3/D4/O3
EP/B/m1/D1/O2	PES/A/m3/D4/O3
EP/A/m1/D3/O1	

3.1 Tahová zkouška

V tabulce 3 a 4 jsou uvedeny výsledky zkoušky v tahu a lze vidět, jakým způsobem byly ovlivněny vlastnosti jednotlivých vzorků a to v závislosti na množství plniva a typu aditiv.

3.1.1 Polyesterový systém

V následující tabulce jsou uvedeny zprůměrované naměřené hodnoty pro polyesterový systém. U vzorků obsahující plnivo je vypočtena také relativní hodnota vůči čisté pryskyřici. Tyto hodnoty byly určovány vůči typu odpěňovačla a jsou graficky znázorněny na obrázcích 16–19. Kompletní výsledky jsou uvedeny v příloze.

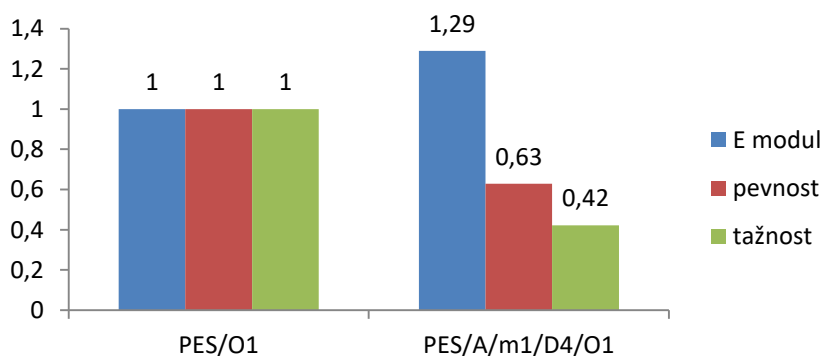
Tab.3.: Naměřené hodnoty při tahové zkoušce pro polyesterový systém

	E modul		pevnost		tažnost	
	GPa		MPa		%	
	průměr		průměr		průměr	
PES/O3	3,3		15,3		0,5	
PES/O1	2,6		31,8		1,5	
	průměr	rel. hodnota	průměr	rel. hodnota	průměr	rel. hodnota
PES/A/m1/D4/O1	3,4	1,29	20,0	0,63	0,6	0,42
PES/A/m2/D4/O3	3,4	1,02	16,4	1,07	0,5	1,06
PES/A/m3/D4/O3	3,3	1,0	17,3	1,13	0,5	1,15
	průměr	rel. hodnota	průměr	rel. hodnota	průměr	rel. hodnota
PES/B/m1/D4/O1	2,5	0,97	28,6	0,90	1,4	0,93
PES/B/m2/D4/O3	3,1	0,93	20,7	1,35	0,7	1,50
PES/B/m3/D4/O3	3,0	0,91	16,2	1,06	0,6	1,18

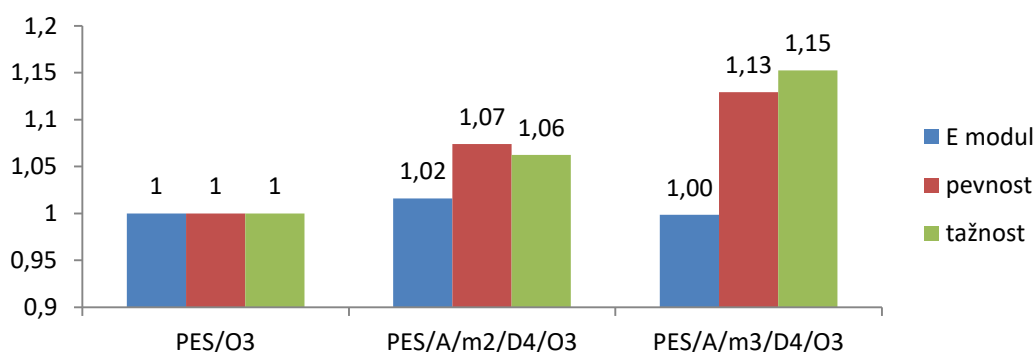
Dle výsledků tahové zkoušky lze říct, že typ grafenu a jeho koncentrace již v malých dávkách, ovlivňuje mechanické vlastnosti kompozitu. Pokud bychom měli hodnotit výsledky z pohledu

typu grafenu, tak nejlépe se jeví grafen A. U vzorku PES/A/m3/D4/O3 lze pozorovat zvýšení E modulu, pevnosti i tažnosti. Lze také říct, že vzorky, které obsahovaly vyšší koncentraci grafenu, nevykazovaly tak dobré vlastnosti, jelikož díky velkému množství plniva byly naopak křehčí.

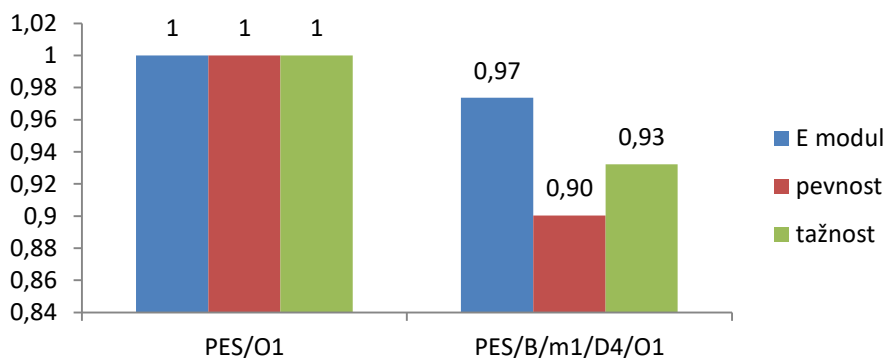
Dále lze říct, že odpěňovadlo O3 se jeví jako nejlepší pro polyesterový systém. Vzorky, které jej obsahovaly, vykazovaly zlepšení svých mechanických vlastností, tedy vyšší pevnost, E modul i tažnost. Lze se domnívat, že vzorky, u kterých došlo spíše k zhoršení, obsahovaly nejspíš ve svém obsahu bubliny, které nepříznivě ovlivnily mechanické vlastnosti.



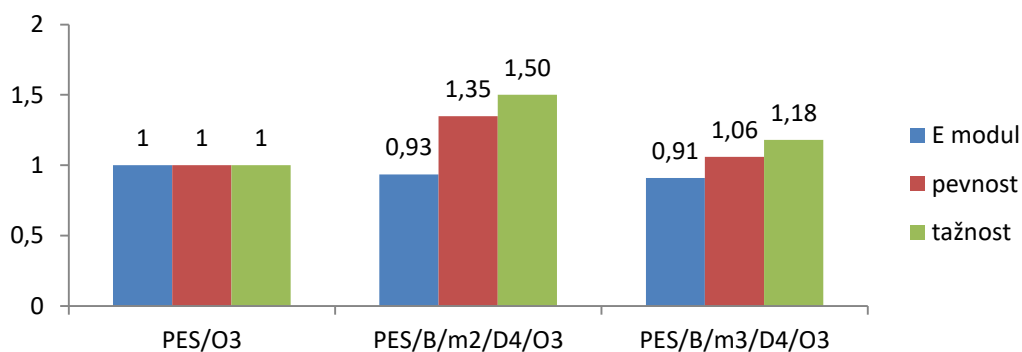
Obr.16.: Grafické znázornění relativních hodnot u tahové zkoušky vztažených na O1 u vzorků PES plněných grafenem A



Obr.17.: Grafické znázornění relativních hodnot u tahové zkoušky vztažených na O3 u vzorků PES plněných grafenem A



Obr.18.: Grafické znázornění relativních hodnot u tahové zkoušky vztažených na O1 u vzorků PES plněných grafenem B



Obr.19.: Grafické znázornění relativních hodnot u tahové zkoušky vztažených na O3 u vzorků PES plněných grafenem B

3.1.2 Epoxidový systém

V následující tabulce jsou uvedeny zprůměrované naměřené hodnoty pro epoxidový systém. U vzorků obsahující plnivo je vypočtena také relativní hodnota vůči čisté pryskyřici. Tyto hodnoty byly určovány vůči typu odpěňovačla a jsou graficky znázorněny na obrázcích 20–23. Kompletní výsledky jsou uvedeny v příloze.

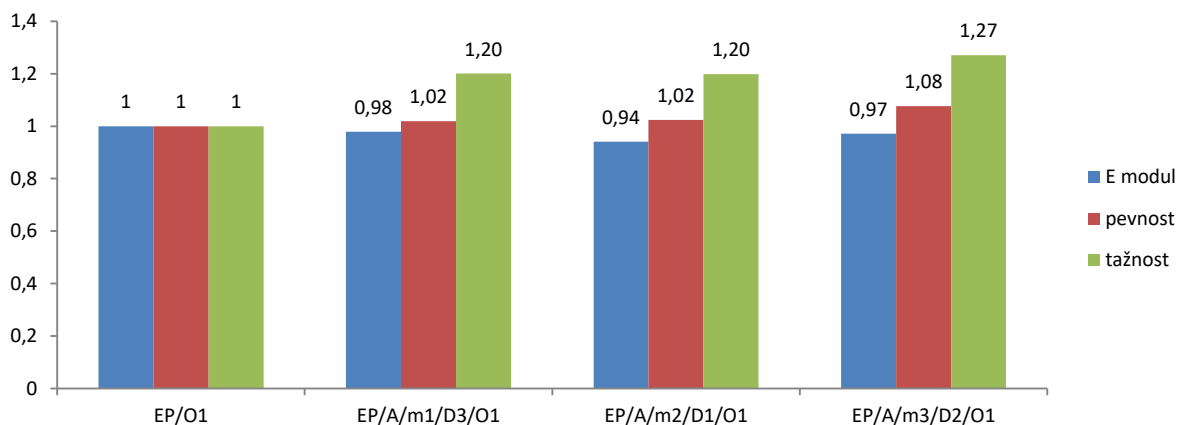
Tab.4.: Tabulka naměřených a vypočtených hodnot při tahové zkoušce pro epoxidový systém

	E modul		pevnost		tažnost	
	GPa		MPa		%	
	průměr		průměr		průměr	
EP/O1	3,6		54,7		1,8	
EP/O2	3,5		55,0		1,9	
	průměr	rel. hodnota	průměr	rel. hodnota	průměr	rel. hodnota
EP/A/m1/D3/O1	3,5	0,98	54,1	1,02	1,7	1,20
EP/A/m1/D1/O2	3,5	1,01	62,7	1,14	2,2	1,14
EP/A/m2/D1/O1	3,4	0,94	56,0	1,02	2,2	1,20
EP/A/m2/D3/O2	3,6	1,02	56,6	1,03	1,8	0,98
EP/A/m3/D1/O2	3,7	1,07	49,6	0,90	1,5	0,80
EP/A/m3/D2/O1	3,5	0,97	58,9	1,08	2,3	1,27
EP/A/m3/D3/O2	3,5	1,01	55,9	1,02	1,9	0,98
	průměr	rel. hodnota	průměr	rel. hodnota	průměr	rel. hodnota
EP/B/m1/D3/O1	3,3	0,92	51,9	0,95	2,1	1,15
EP/B/m1/D1/O2	3,6	1,03	55,5	1,01	1,8	0,96
EP/B/m2/D1/O1	3,2	0,91	52,9	0,97	2,1	1,17
EP/B/m2/D3/O2	3,6	1,02	53,7	0,98	1,7	0,90
EP/B/m3/D1/O2	3,6	1,02	64,0	1,16	2,2	1,17
EP/B/m3/D2/O1	3,4	0,95	55,2	1,01	2,2	1,23
EP/B/m3/D3/O2	3,6	1,04	57,5	1,04	1,9	0,99

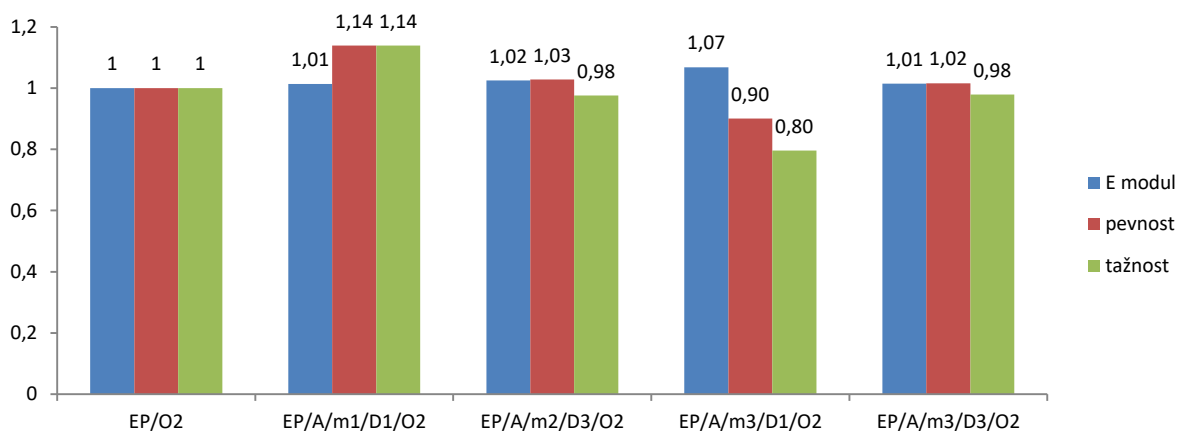
Dle výsledků tahové zkoušky lze říct, že i zde typ grafenu a jeho koncentrace již v malých dávkách, ovlivňuje mechanické vlastnosti kompozitu. Pokud bychom měli hodnotit výsledky

z pohledu typu grafenu, se tak nejlépe jeví opět grafen A. Lze to pozorovat při porovnání vzorku EP/B/m1/D3/O1 a EP/A/m1/D3/O1, u kterého grafen A mechanické vlastnosti lehce zvýšil oproti vzorku druhému (vyšší modul E a pevnost). Rozdíl je ale téměř nepatrný.

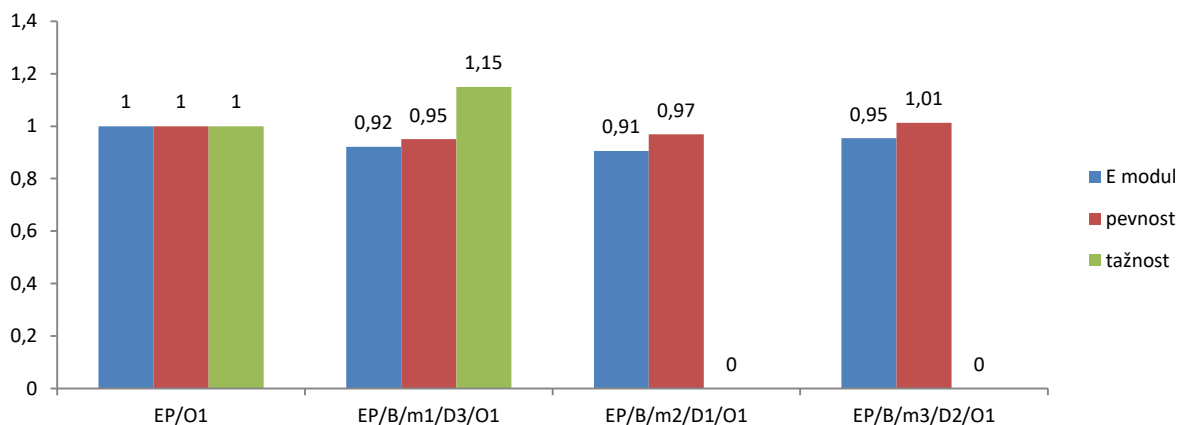
Dále je také patrné, že odpěňovadlo O2 se jeví jako nejlepší pro epoxidový systém. Všechny vzorky, které jej obsahovaly, vykazovaly zlepšení svých mechanických vlastností, konkrétně měly vyšší E modul, ve většině případech i pevnost.



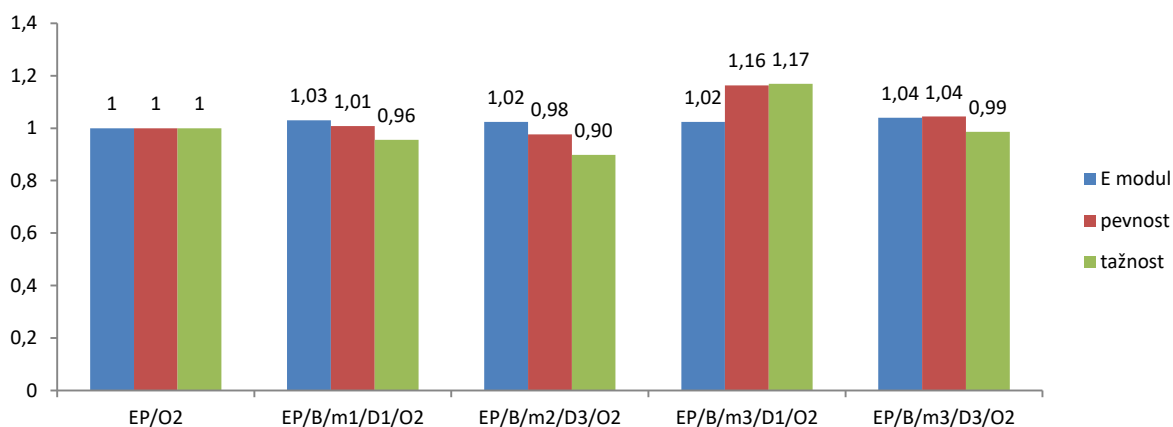
Obr.20.: Grafické znázornění relativních hodnot u tahové zkoušky vztažených na O1 u vzorků EP plněných grafenem A



Obr.21.: Grafické znázornění relativních hodnot u tahové zkoušky vztažených na O2 u vzorků EP plněných grafenem A



Obr.22.: Grafické znázornění relativních hodnot u tahové zkoušky vztažených na O1 u vzorků EP plněných grafenem B



Obr.23.: Grafické znázornění relativních hodnot u tahové zkoušky vztažených na O2 u vzorků EP plněných grafenem B

3.2 Ohybová zkouška

V tabulce 5 a 6 jsou uvedeny výsledky zkoušky v ohybu a lze vidět, jakým způsobem byly ovlivněny vlastnosti jednotlivých vzorků a to v závislosti na množství plniva a typu aditiv.

3.2.1 Polyesterový systém

V následující tabulce jsou uvedeny zprůměrované naměřené hodnoty pro polyesterový systém. U vzorků obsahující plnivo je vypočtena také relativní hodnota vůči čisté pryskyřici. Tyto hodnoty byly určovány vůči typu odpěnovadla a jsou graficky znázorněny na obrázcích 24–27. Kompletní výsledky jsou uvedeny v příloze.

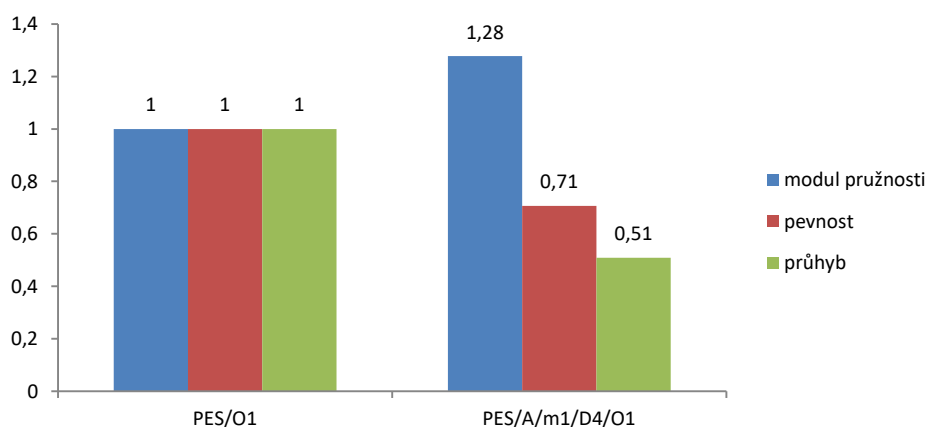
Tab.5.: Tabulka naměřených hodnot při ohybové zkoušce pro polyesterový systém

	modul pružnosti	pevnost	průhyb
	GPa	MPa	%
PES/O3	3,0	34,1	1,1
PES/O1	2,1	58,7	3,2

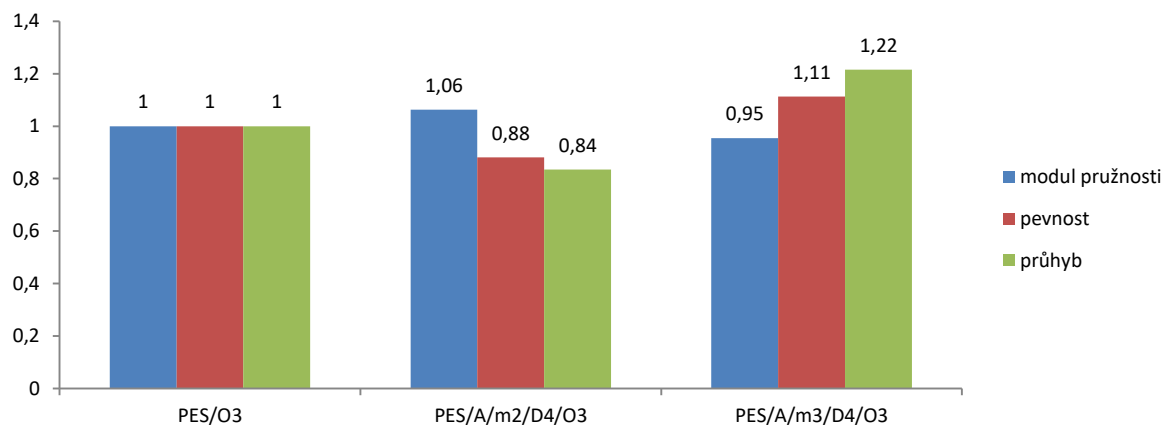
	průměr	rel. hodnota	průměr	rel. hodnota	průměr	rel. hodnota
PES/A/m1/D4/O1	2,7	1,28	41,5	0,71	1,6	0,51
PES/A/m2/D4/O3	3,2	1,06	30,0	0,88	1,0	0,84
PES/A/m3/D4/O3	2,9	0,95	37,9	1,11	1,4	1,22
	průměr	rel. hodnota	průměr	rel. hodnota	průměr	rel. hodnota
PES/B/m1/D4/O1	2,6	1,22	31,9	0,54	1,3	0,40
PES/B/m2/D4/O3	2,9	0,96	32,5	0,95	1,1	1,00
PES/B/m3/D4/O3	3,0	0,99	40,0	1,17	1,4	1,26

Dle výsledků ohybové zkoušky lze říci, že typ grafenu a jeho koncentrace již v malých dávkách, ovlivňuje mechanické vlastnosti kompozitu. Pokud bychom měli hodnotit výsledky z pohledu typu grafenu, tak nejlépe se zde jeví grafen B. Lze tak pozorovat při porovnání vzorků PES/A/m3/D4/O3 a PES/B/m3/D4/O3. Vzorek PES/B/m3/D4/O3 zde vykazuje vyšší modul pružnosti i pevnost. U ohybové zkoušky nejlépe dopadly vzorky s největší koncentrací grafenu. Jejich moduly pružnosti a ve většině případů i pevnost měly největší hodnoty.

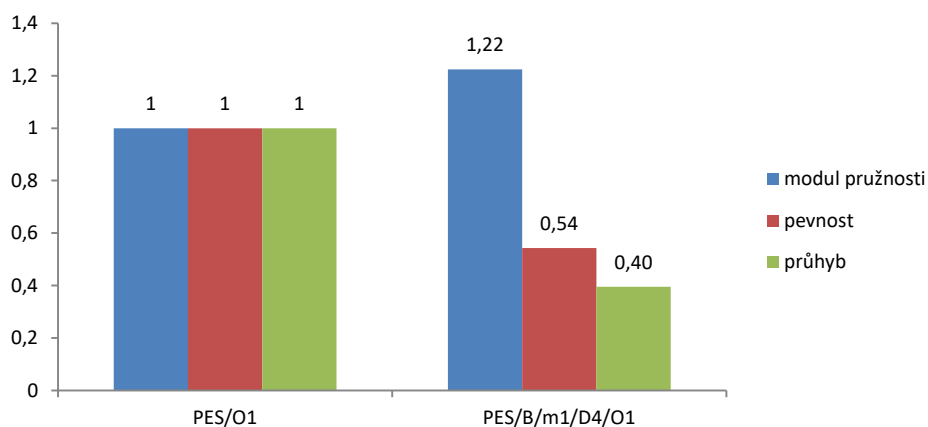
Dále i zde můžeme říct, že odpěňovadlo O3 se jeví jako nejlepší pro polyesterový systém stejně tak jak bylo určeno u tahové zkoušky. Vzorky, které jej obsahovaly, vykazovaly zlepšení svých mechanických vlastností (vyšší E modul a pevnost).



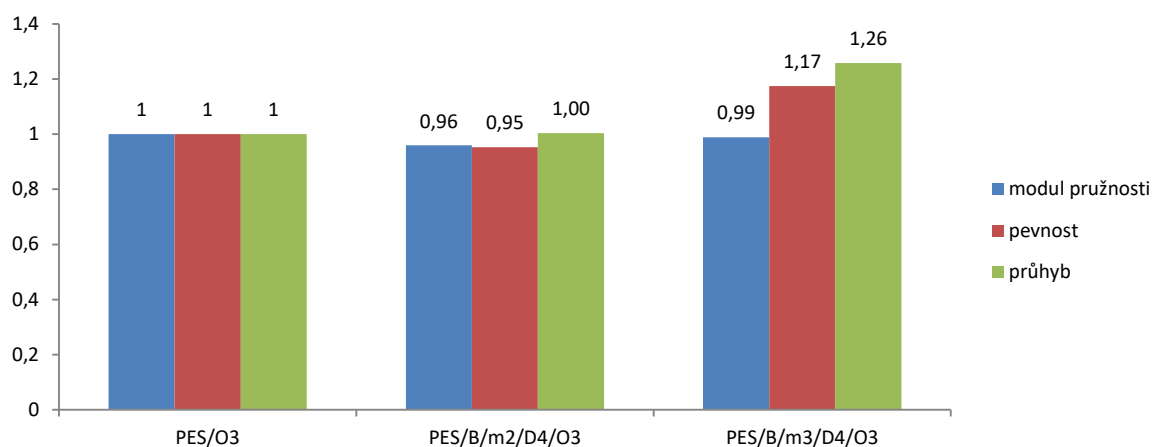
Obr.24.: Grafické znázornění relativních hodnot u ohybové zkoušky vztažených na O1 u vzorků PES plněných grafenem A



Obr.25.: Grafické znázornění relativních hodnot u ohybové zkoušky vztažených na O3 u vzorků PES plněných grafenem A



Obr.26.: Grafické znázornění relativních hodnot u ohybové zkoušky vztažených na O1 u vzorků PES plněných grafenem B



Obr. 27.: Grafické znázornění relativních hodnot u ohybové zkoušky vztažených na O3 u vzorků PES plněných grafenem B

3.2.2 Epoxidový systém

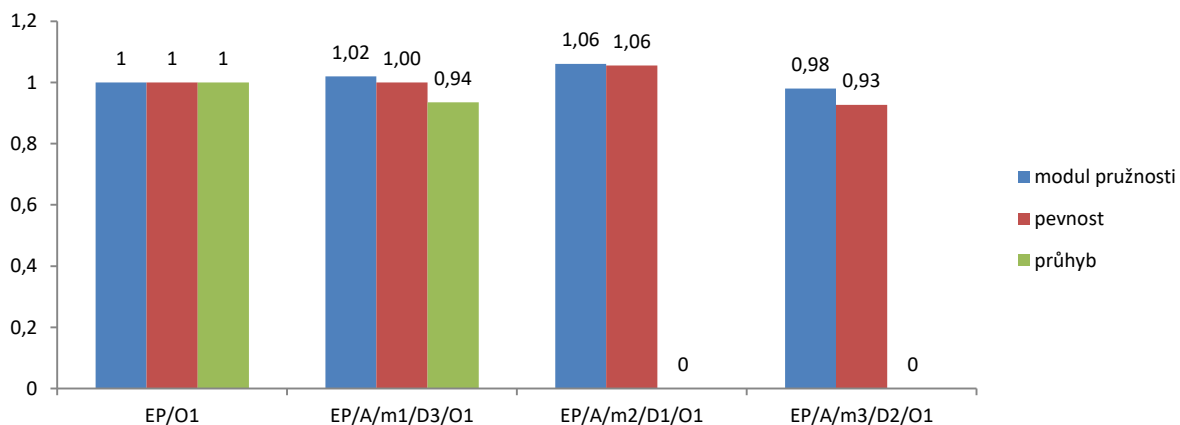
V následující tabulce jsou uvedeny zprůměrované naměřené hodnoty pro epoxidový systém. U vzorků obsahující plnivo je vypočtena také absolutní hodnota vůči čisté pryskyřici. Tyto hodnoty byly určovány vůči typu odpěňovadla a jsou graficky znázorněny na obrázcích 28–31. Kompletní výsledky jsou uvedeny v příloze.

Tab.6.: Tabulka naměřených hodnot při ohybové zkoušce pro epoxidový systém

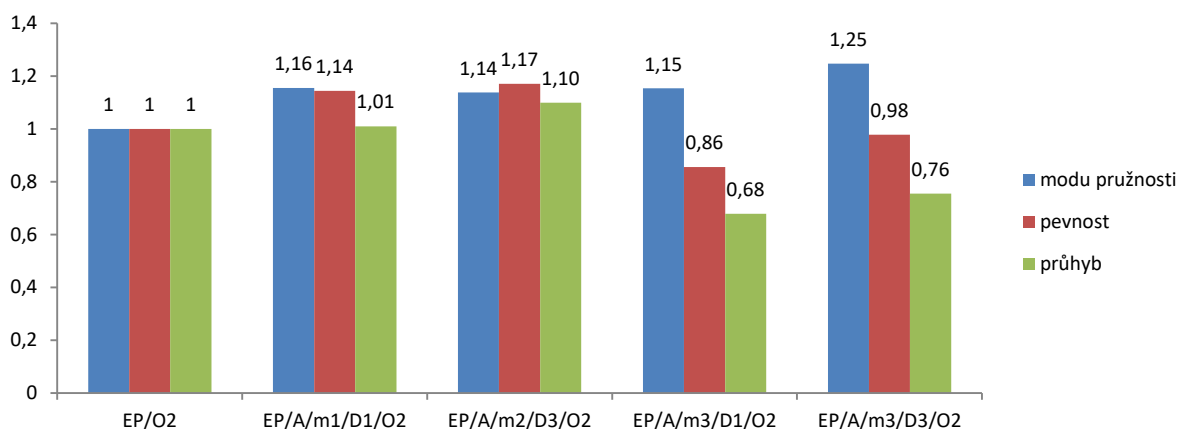
	modul pružnosti		pevnost		průhyb	
	GPa		MPa		%	
EP/O1	3,0		95,3		3,9	
EP/O2	2,8		90,9		3,6	
	průměr	rel. hodnota	průměr	rel. hodnota	průměr	rel. hodnota
EP/A/m1/D3/O1	3,1	1,02	95,3	1,00	3,6	0,94
EP/A/m1/D1/O2	3,2	1,16	104,0	1,14	3,6	1,01
EP/A/m2/D1/O1	3,2	1,06	100,6	1,06	3,6	0,92
EP/A/m2/D3/O2	3,1	1,14	106,4	1,17	4,0	1,10
EP/A/m3/D1/O2	3,2	1,15	77,8	0,86	2,4	0,68
EP/A/m3/D2/O1	3,0	0,98	88,4	0,93	3,2	0,83
EP/A/m3/D3/O2	3,4	1,25	88,9	0,98	2,7	0,76
	průměr	rel. hodnota	průměr	rel. hodnota	průměr	rel. hodnota
EP/B/m1/D3/O1	3,0	0,99	97,8	1,03	3,7	0,95
EP/B/m1/D1/O2	3,3	1,18	106,7	1,17	4,0	1,12
EP/B/m2/D1/O1	3,0	0,98	94,5	0,99	3,7	0,96
EP/B/m2/D3/O2	3,3	1,18	95,3	1,05	3,1	0,87
EP/B/m3/D1/O2	3,1	1,11	85,4	0,94	2,8	0,78
EP/B/m3/D2/O1	2,6	0,86	81,8	0,86	3,4	0,87
EP/B/m3/D3/O2	3,1	1,13	89,7	0,99	3,1	0,87

Dle výsledků ohybové zkoušky lze říci, že i zde typ grafenu a jeho koncentrace již v malých dávkách ovlivňuje mechanické vlastnosti kompozitu. Co se týče hodnocení výsledků z pohledu typu grafenu, tak i zde se nejlépe jeví grafen A. Lze to pozorovat při porovnání vzorku EP/B/m1/D3/O1 a EP/A/m1/D3/O1, u kterého grafen mechanické vlastnosti lehce zvýšil oproti vzorku druhému.

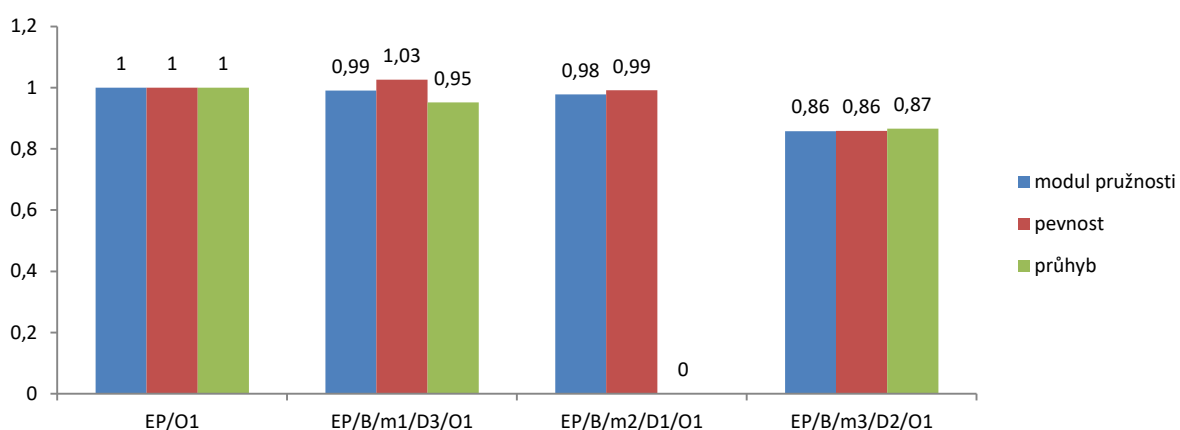
I u této zkoušky se nám potvrdilo, že odpěňovadlo O2 se jeví jako nejlepší pro epoxidový systém. Všechny vzorky, které jej obsahovaly, vykazovaly zlepšení svých mechanických vlastností. Měly vyšší E modul, ve většině případech i pevnost.



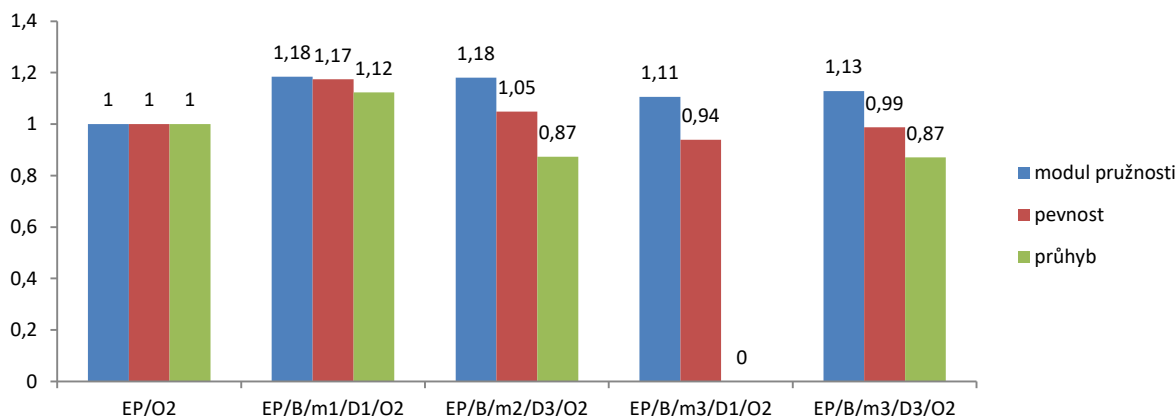
Obr.28.: Grafické znázornění relativních hodnot u ohybové zkoušky vztažených na O1 u vzorků EP plněných grafenem A



Obr.29.: Grafické znázornění relativních hodnot u ohybové zkoušky vztažených na O2 u vzorků EP plněných grafenem A



Obr.30.: Grafické znázornění relativních hodnot u ohybové zkoušky vztažených na O1 u vzorků EP plněných grafenem B



Obr.31.: Grafické znázornění relativních hodnot u ohybové zkoušky vztahených na O2 u vzorků EP plněných grafenem B

3.3 DMA

V tabulce 7 a 8 jsou uvedeny výsledky DMA a lze vidět, jakým způsobem byly ovlivněny vlastnosti jednotlivých vzorků a to v závislosti na množství plniva.

3.3.1 Polyesterový systém

V následující tabulce jsou uvedeny zprůměrované naměřené hodnoty pro polyesterový systém. U vzorků obsahující plnivo je vypočtena také relativní hodnota vůči čisté pryskyřici. Tato hodnota byla určována vůči typu odpěňovadla.

Tabulka 7.: Naměřené a vypočtené hodnoty při DMA pro polyesterový systém

vzorek	elastický modul E' při 40°C (GPa)		Tg (°C)		elastický modul E' při 60°C (GPa)	
	průměr		průměr		průměr	
PES/O1	2,9		49,3		0,8	
PES/O3	1,9		56,5		0,9	
	průměr	rel. hodnota	průměr		průměr	rel. hodnota
PES/A/m1/D4/O1	2,7	0,95	56,8		0,9	1,16
PES/A/m2/D4/O3	3,0	1,57	53,0		1,0	1,17
PES/A/m3/D4/O3	2,5	1,33	57,1		1,2	1,40
	průměr	rel. hodnota	průměr		průměr	rel. hodnota
PES/B/m1/D4/O1	2,6	0,92	54,1		0,8	1,00
PES/B/m2/D4/O3	3,1	1,64	50,6		1,0	1,13
PES/B/m3/D4/O3	2,8	1,50	53,7		1,0	1,17

Dle výsledků DMA vidíme, že při porovnání vzorků s nejnižší a nejvyšší koncentrací grafenu, docházelo k posunu elastického modulu. Vzorky s vyšší koncentrací grafenu měly tyto hodnoty ve většině přídech vyšší. Tento jev lze pozorovat při porovnání vzorků PES/B/m1/D4/O1 a PES/B/m3/D4/O3. Zároveň zde docházelo i k nepatrnému posunu teploty skelného přechodu. Při srovnání blanku PES/O3 se vzorky, které odpěňovadlo O3 obsahovaly, lze pozorovat, že měly nižší teplotu skelného přechodu než blank. Naproti tomu

vzorky, které obsahovaly odpěňovadlo O1, vykazovaly opačný trend. Jejich teplota skelného přechodu byla oproti blanku vyšší.

3.3.2 Epoxidový systém

V následující tabulce jsou uvedeny zprůměrované naměřené hodnoty pro epoxidový systém. U vzorků obsahující plnivo je vypočtena také relativní hodnota vůči čisté pryskyřici. Tato hodnota byla určována vůči typu odpěňovadla.

Tabulka 8.: Naměřené a vypočtené hodnoty při DMA pro epoxidový systém

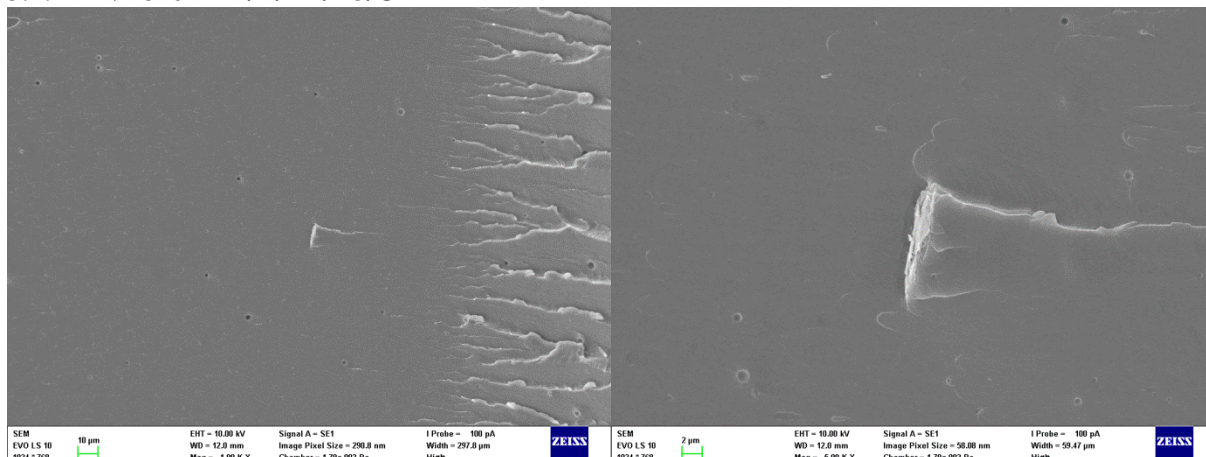
vzorek	elastický modul E' při 40°C (GPa)		Tg (°C)	elastický modul E' při 60°C (MPa)	
	průměr		průměr	průměr	
EP/O1	3,1		53,8	153,0	
EP/O2	3,6		52,3	134,0	
	průměr	rel. hodnota	průměr	průměr	rel. hodnota
EP/A/m1/D1/O2	3,3	0,92	53,7	143,0	1,07
EP/A/m1/D3/O1	3,4	1,07	53,7	159,0	1,04
EP/A/m2/D1/O1	2,7	0,87	54,8	94,0	0,61
EP/A/m2/D3/O2	3,0	0,83	54,8	149,5	1,12
EP/A/m3/D1/O2	2,6	0,71	53,7	99,5	0,74
EP/A/m3/D2/O1	4,2	1,33	54,1	162,0	1,06
EP/A/m3/D3/O2	2,7	0,75	60,9	133,5	1,00
	průměr	rel. hodnota	průměr	průměr	rel. hodnota
EP/B/m1/D3/O1	3,2	0,89	53,4	190,0	1,42
EP/B/m1/D1/O2	3,8	1,20	53,0	189,5	1,24
EP/B/m2/D1/O1	4,1	1,30	53,0	210,5	1,38
EP/B/m2/D3/O2	3,2	0,88	53,7	185,5	1,38
EP/B/m3/D1/O2	3,6	1,00	54,4	196,5	1,47
EP/B/m3/D2/O1	3,3	1,05	53,6	179,0	1,17
EP/B/m3/D3/O2	3,0	0,83	54,1	177,5	1,32

Dle výsledků DMA vidíme, že i zde při porovnání vzorků s nejnižší a nejvyšší koncentrací grafenu, docházelo k posunu elastického modulu. Avšak nelze zde s přesností určit trend vývoje těchto hodnot v závislosti na určitém parametru, vzhledem k náhodnému výběru vzorků. Avšak odchylky mohly být způsobeny i tím, že u epoxidového systému se v místě teploty skelného přechodu objevily u všech vzorků dva píky. Je tedy zřejmé, že pryskyřice nebyla dostatečně vytvrzená a docházelo k dokrystalizaci. Pokud epoxidový systém srovnáme se systémem polyesterovým, tak zde právě díky nedostatečnému vytvrzení pryskyřice docházelo k rychlejšímu poklesu modulu, než tomu bylo u polyesterových systémů.

3.4 SEM

SEM snímky byly vyfocené pro sady vzorků, které jsou uvedené v tabulce 2. Na snímcích je vyobrazená lomová plocha tělíska.

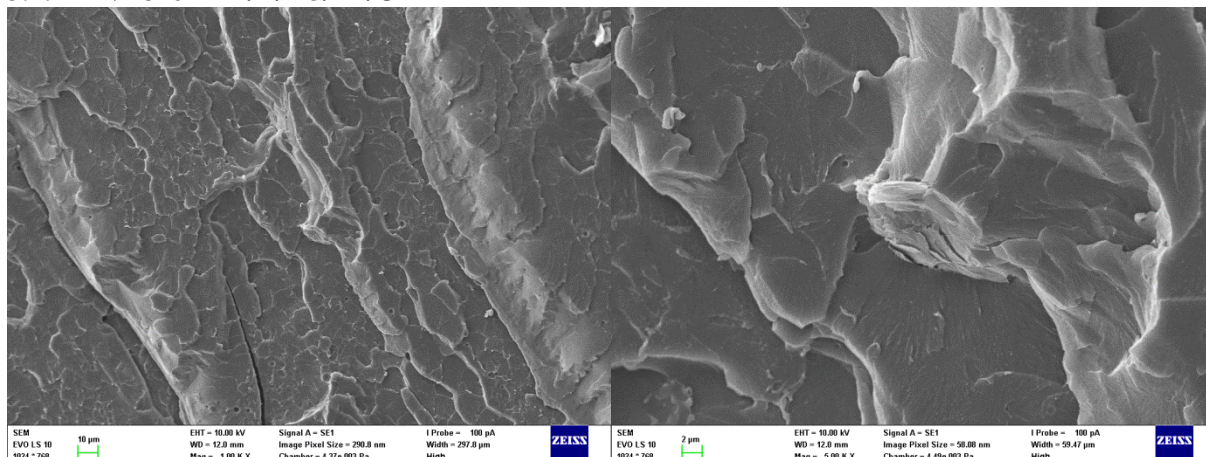
3.4.1 Vzorek EP/B/m1/D3/O1



Obr.32.: SEM snímky vzorku EP/B/m1/D3/O1

Na snímcích (obr.32) lze vidět, že připravený kompozitní materiál obsahuje pouze velmi malé množství bublinek, jejichž maximální průměr dle měřítka je do 1 µm. Dále pozorujeme, že materiál je velmi kompaktní a homogenní. Na snímku pozorujeme pouze ojediněle hůře rozdispergované částice. Z těchto snímků lze tedy usuzovat, že dispergační činidlo D3 a odpěňovadlo O1 jsou vhodné pro použití v epoxidových systémech

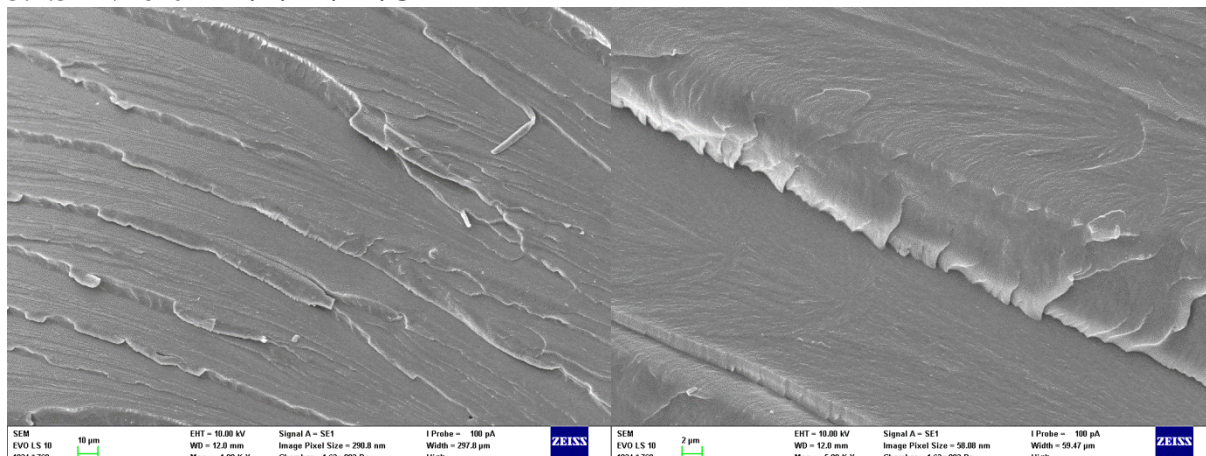
3.4.2 Vzorek EP/B/m3/D2/O1



Obr.33.: SEM snímky vzorku EP/B/m3/D2/O1

Na snímcích (obr.33) lze vidět, že vzorek neobsahuje téměř žádné bublinky. Což potvrzuje tvrzení, že odpěňovadlo O1 je pro epoxidové systémy nejvhodnější. Avšak na pravém snímku můžeme vidět částici grafenu, která je velmi špatně dispergovaná. Tím lze vysvětlit horší mechanické vlastnosti oproti blanku (nižší E modul, modu pružnosti, pevnost). Dispergační činidlo D2 není příliš vhodné pro použití do epoxidových systémů.

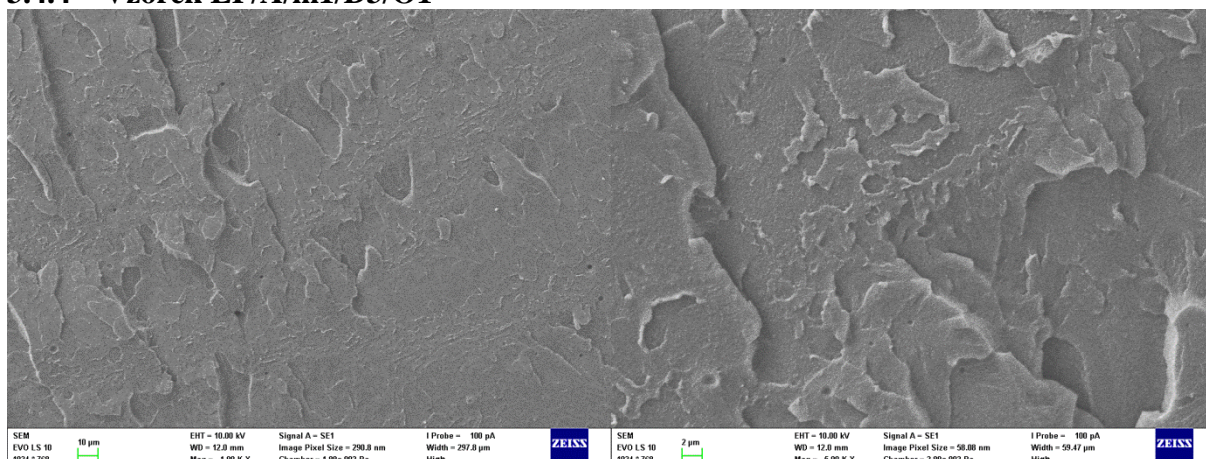
3.4.3 Vzorek EP/B/m1/D1/O2



Obr.34.: SEM snímky vzorku EP/B/m1/D1/O2

Na těchto snímcích (obr.34) lze pozorovat, že tento kompozitní materiál neobsahuje žádné bublinky, je zcela homogenní a dispergace částic je zde perfektní. Tomu odpovídají i naměřené hodnoty pro ohyb a tah. Tento vzorek měl větší E modul, modul pružnosti a pevnost než blank.

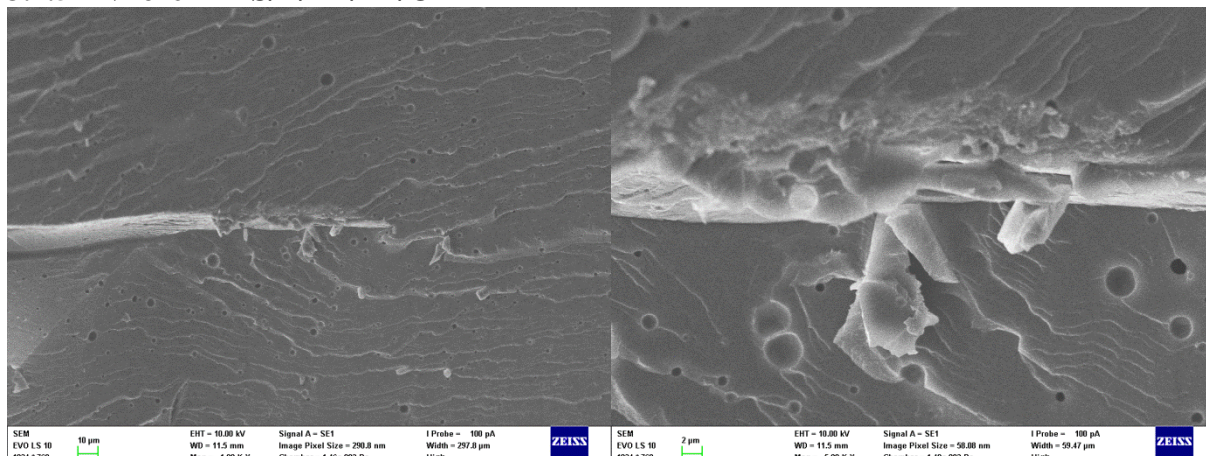
3.4.4 Vzorek EP/A/m1/D3/O1



Obr.35.: SEM snímek vzorku EP/A/m1/D3/O

Opět zde (obr.35) můžeme pozorovat materiál, který neobsahuje téměř žádné bublinky a disperze částice je také velmi dobrá. Tomu odpovídají i naměřené hodnoty u zkoušek v tahu a ohybu.

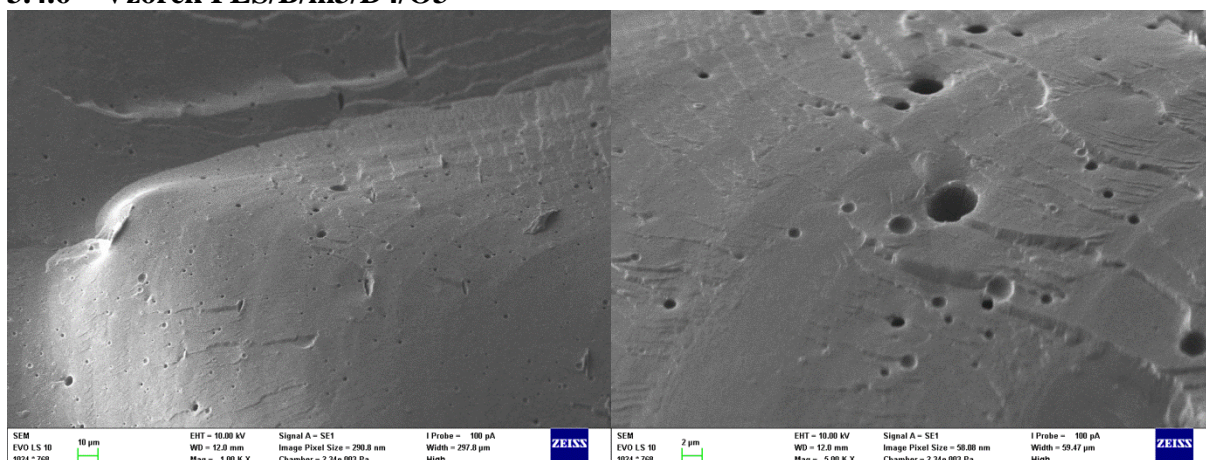
3.4.5 Vzorek PES/B/m1/D4/O1



Obr.36.: SEM snímky vzorku PES/B/m1/D4/O1

Na snímcích (obr.36) je patrné, že připravený vzorek obsahuje spoustu bublin, které mají v průměru až 2 µm. Současně jde vidět i to, že kompozit je dost nehomogenní a některé jeho částice jsou špatně rozdispergované. Tomu všemu odpovídají naměřené hodnoty při tahové a ohybové zkoušce. Lze tedy na základě výsledků a snímků usoudit, že odpěňovadlo O1 není příliš vhodné pro použití s polyesterovým systémem. Tuto domněnku ovšem nelze úplně potvrdit, jelikož nebyl snímán další PES vzorek s odpěňovadlem O1.

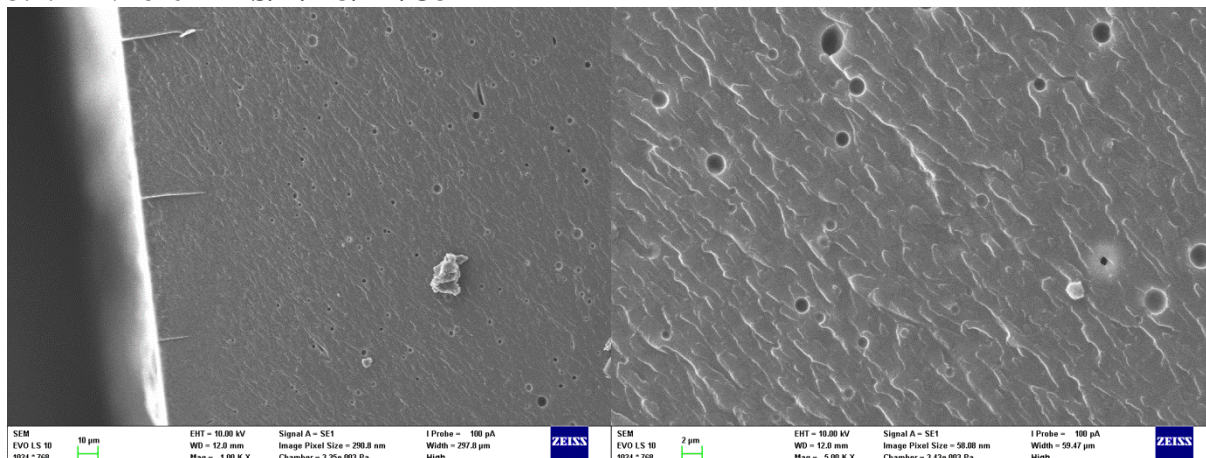
3.4.6 Vzorek PES/B/m3/D4/O3



Obr.37.: SEM snímky vzorku PES/B/m3/D4/O3

SEM (obr. 37) snímky řezu kompozitu ukazují, že připravený kompozitní materiál obsahuje relativně velké množství bublin, kde některé mají průměru až 2 µm. Kompozit je i přes to homogenní a všechny částice grafenu jsou dobře dispergované. Překvapivě, přítomnost těchto bublin nezhoršuje vlastnosti kompozitu, a právě naopak řada parametrů vykazuje výrazné zlepšení, pravděpodobně díky přítomnosti dobře rozdispergovaného grafenoidu.

3.4.7 Vzorek PES/A/m3/D4/O3



Obr.38.: SEM snímky vzorku PES/A/m3/D4/O3

I zde SEM snímky na řezu kompozitu ukazují, že připravený kompozitní materiál obsahuje relativně velké množství bublin. Avšak kompozit je homogenní a všechny částice grafenoidu jsou dobře dispergované. Přítomnost bublin nezhoršuje vlastnosti kompozitu, a právě naopak řada parametrů vykazuje výrazné zlepšení, pravděpodobně díky přítomnosti dobře rozdispergovaného grafenoidu.

4 ZÁVĚR

V rámci této diplomové práce byly připraveny vzorky kompozitních materiálů s přídavkem grafenu a následně byly podrobeny zkoušce v tahu, ohybu, DMA a poté byly snímány rastrovací elektronovou mikroskopií.

Dle množství proměnných parametrů bylo určeno 32 kombinací pro epoxidové systémy a 12 pro systémy polyesterové. Z těchto kombinací bylo náhodně vybráno 14 sad (210 ks vzorků) pro epoxidový systém a 6 sad (90 ks vzorků) pro polyesterový systém. K tomu byly zároveň připraveny „blanky“, tedy čisté pryskyřice bez plniva a dispergačního činidla pro srovnání s plněnými kompozity. Náhodný výběr sad byl proveden díky pozdějšímu využití tzv. umělé neuronové sítě (ANN), pomocí které měly být optimalizovány získané výsledky. Avšak díky časové náročnosti výpočtu a hledání vhodného modelu bylo od tohoto kroku opuštěno.

Vzhledem k tomu, že pro použití ANN byl výběr vzorků náhodný, bylo obtížné diskutovat získané výsledky, jelikož tato metoda nakonec použita nebyla. Kombinace parametrů u připravených vzorků byla tak nahodilá a rozlišná, že je nebylo možné systematicky porovnávat. I přes tyto komplikace bylo nakonec z připravených vzorků vybráno 7 sad, u kterých byly kombinace parametrů již do jisté míry systematicky uspořádány a naměřené výsledky se již daly porovnávat.

Výsledky tahové zkoušky prokázaly, že již malé množství grafenu ovlivňuje mechanické vlastnosti materiálu. Dle naměřených hodnot byl určen nejlepší typ odpěňovadla pro polyesterový a epoxidový systém. Výsledky byly hodnoceny jak z pohledu typu grafenu, tak i jeho koncentraci.

Výsledky ohybové zkoušky potvrdily stanovené závěry z tahové zkoušky. I zde byl určen nejlepší typ odpěňovadla pro daný systém a výsledky byly také hodnoceny z pohledu typu a množství grafenu.

Dle výsledků dynamicko-mechanické analýzy bylo zřejmé, že při porovnání vzorků s nejnižší a nejvyšší koncentrací grafenu, docházelo k posunu elastického modulu. U polyesterového systému měly vzorky s vyšší koncentrací grafenu tyto hodnoty ve většině přídech vyšší. U epoxidového systému nešlo s přesností určit trend vývoje těchto hodnot v závislosti na určitém parametru, vzhledem k náhodnému výběru vzorků. Avšak odchylky mohly být způsobeny i tím, že u epoxidového systému se v místě teploty skelného přechodu objevily u všech vzorků dva píky. Je tedy zřejmé, že pryskyřice nebyla dostatečně vytvrzená a docházelo k dokrystalizaci. Při srovnání epoxidového systému se systémem polyesterovým, bylo zřejmé, že právě díky nedostatečnému vytvrzení pryskyřice docházelo k rychlejšímu poklesu modulu, než tomu bylo u polyesterových systémů.

Dále byly hodnoceny snímky z rastrovací elektronové mikroskopie, u kterých byla hodnocena homogenita vzorku, řádná disperzita částic a případné defekty a vady. Snímky byly také porovnány s výsledky mechanických zkoušek.

5 POUŽITÁ LITERATURA

- [1] International Union of Pure and Applied Chemistry (IUPAC): Compendium of Chemical Terminology.: Gold Book[online]. 2014. ISBN 0-9678550-9-8. Dostupné také z: <http://goldbook.iupac.org/pdf/goldbook.pdf>
- [2] GRÉGR, J.: Moderní pohled na formy a modifikace uhlíku. *Technická Univerzita v Liberci*. 2004, s.11. Dostupné z: https://www.researchgate.net/publication/267797711_Moderni_pohled_na_formy_a_modifikace_uhliku
- [3] *Materials Today* [online]. 2007, **10**(1-2). ISSN 13697021. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S1369702106717886>
- [4] PHIRI, Josphat, Patrick GANE a Thad C. MALONEY. General overview of graphene: Production, properties and application in polymer composites. *Materials Science and Engineering: B*. 2017, **215**, 9-28. DOI: 10.1016/j.mseb.2016.10.004. ISSN 09215107. Dostupné také z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0921510716301568>
- [5] ZHONG, Yujia, Zhen ZHEN a Hongwei ZHU. Graphene: Fundamental research and potential applications. *FlatChem*. 2017, **4**, 20-32. DOI: 10.1016/j.flatc.2017.06.008. ISSN 24522627. Dostupné také z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S2452262717300508>
- [6] NOVOSELOV, K. S., D. JIANG, F. SCHEDIN, T. J. BOOTH, V. V. KHOTKEVICH, S. V. MOROZOV a A. K. GEIM. Two-dimensional atomic crystals. *Proceedings of the National Academy of Sciences*. 2005, **102**(30), 10451-10453. DOI: 10.1073/pnas.0502848102. ISSN 0027-8424. Dostupné také z: <http://www.pnas.org/cgi/doi/10.1073/pnas.0502848102>
- [7] MEYER, Jannik C., A. K. GEIM, M. I. KATSNELSON, K. S. NOVOSELOV, T. J. BOOTH a S. ROTH. The structure of suspended graphene sheets. *Nature*. 2007, **446**(7131), 60-63. DOI: 10.1038/nature05545. ISSN 0028-0836. Dostupné také z: <http://www.nature.com/articles/nature05545>
- [8] PAPAGEORGIOU, Dimitrios G., Ian A. KINLOCH a Robert J. YOUNG. Mechanical properties of graphene and graphene-based nanocomposites. *Progress in Materials Science*. 2017, **90**, 75-127. DOI: 10.1016/j.pmatsci.2017.07.004. ISSN 00796425. Dostupné také z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0079642517300968>
- [9] WHITENER, Keith E., Paul E. SHEEHAN a Robert J. YOUNG. Graphene synthesis. *Diamond and Related Materials*. 2014, **46**, 25-34. DOI: 10.1016/j.diamond.2014.04.006. ISSN 09259635. Dostupné také z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0925963514000983>

- [10] *Innovative Graphene Technologies - Developments and Characterisation*. 2013. Smithers Rapra Technology. ISBN 978-1-84735-965-0.
- [11] MANIŠ, J. *Modifikace grafenových struktur ionty o nízké energii ($E < 100$ eV)*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2016. 78. Vedoucí diplomové práce Ing. Jindřich Mach, Ph.D.
- [12] MAREČEK, David *Vliv elektronového svazku na grafenové polem řízené tranzistory*. Diplomová práce. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, Ústav fyzikálního inženýrství, 2017. T0 s. Vedoucí práce doc. Ing. Jan Čechal, Ph.D.
- [13] MIDLÍKOVÁ, J. *Příprava grafenových nanostruktur pro aplikace*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2016, 45 s. Vedoucí Ing. Zuzana Lišková, Ph.D.
- [14] DASARI, Bhagya Lakshmi, Jamshid M. NOURI, Dermot BRABAZON a Sumsun NAHER. Graphene and derivatives – Synthesis techniques, properties and their energy applications. *Energy*. 2017, **140**, 766-778. DOI: 10.1016/j.energy.2017.08.048. ISSN 03605442. Dostupné také z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0360544217314263>
- [15] WANG, Mingchao, Cheng YAN a Lin M. Graphene Nanocomposites. *Composites and Their Properties*. InTech, 2012, 2012-08-22. DOI: 10.5772/50840. ISBN 978-953-51-0711-8. Dostupné také z: <http://www.intechopen.com/books/composites-and-their-properties/graphene-nanocomposites>
- [16] FUCHS, j., GOERBIG, M. O., PLACAIS, B.: Grafen. Když se kvantová mechanika a relativita potkají při obyčejném tahu tužkou. *Pokroky matematiky, fyziky a astronomie*. 2011, Vol. 56, No. 4, s. 265-275. Praha: Státní pedagogické nakladatelství, 1966. ISBN 0032-2423.
- [17] MITTAL, Vikas. *Polymer-graphene nanocomposites*. Cambridge: RSC Pub., c2012. 26. ISBN 978-1-84973-567-4.
- [18] UHROVÁ, Kamila. *Příprava kompozitních materiálů grafen/alumina*. 2016. Bakalářská práce. Masarykova Univerzita. Vedoucí práce Mgr. Zdeněk Moravec, Ph.D.
- [19] YARAHMADI, Elham, Khadijeh DIDEHBAN, Morteza Ganjaee SARI, et al. Development and curing potential of epoxy/starch-functionalized graphene oxide nanocomposite coatings. *Progress in Organic Coatings*. 2018, **119**, 194-202. DOI:

10.1016/j.porgcoat.2018.03.001. ISSN 03009440. Dostupné také z:
<http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0300944017309943>

[20] DREYER, Daniel R., Sungjin PARK, Christopher W. BIELAWSKI a Rodney S. RUOFF. The chemistry of graphene oxide. *Chem. Soc. Rev.* 2010, **39**(1), 228-240. DOI: 10.1039/B917103G. ISSN 0306-0012. Dostupné také z:
<http://xlink.rsc.org/?DOI=B917103G>

[21] DASARI, Bhagya Lakshmi, Jamshid M. NOURI, Dermot BRABAZON a Sumsun NAHER. Graphene and derivatives – Synthesis techniques, properties and their energy applications. *Energy.* 2017, **140**, 766-778. DOI: 10.1016/j.energy.2017.08.048. ISSN 03605442. Dostupné také z:
<http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0360544217314263>

6 PŘÍLOHY

6.1 Souhrnné výsledky tahové zkoušky pro polyesterový systém

	PES/O3			PES/O1		
	E modul GPa	pevnost MPa	tažnost %	E modul GPa	pevnost MPa	tažnost %
1	3,4	15,8	0,5	2,6	30,4	1,4
2	3,4	16,0	0,5	2,6	29,7	1,3
3	3,2	14,2	0,4	2,5	35,3	1,8
4	3,3	15,3	0,5			
5						
průměr	3,3	15,3	0,5	2,6	31,8	1,5
odchylka	0,1	0,7	0,0	0,0	2,5	0,2

	PES/A/m1/D4/O1			PES/A/m2/D4/O3			PES/A/m3/D4/O3		
	E modul GPa	pevnost MPa	tažnost %	E modul GPa	pevnost MPa	tažnost %	E modul GPa	pevnost MPa	tažnost %
1	3,4	18,8	0,6	3,4	18,9	0,6	3,2	17,5	0,6
2	3,2	23,4	0,8	3,3	15,3	0,5	3,4	12,0	0,4
3	3,5	21,8	0,7	3,3	15,2	0,5	3,2	15,9	0,5
4	3,2	18,1	0,6	3,4	15,6	0,5	3,5	20,9	0,6
5	3,5	17,8	0,5	3,4	17,1	0,5	3,3	20,0	0,6
průměr	3,4	20,0	0,6	3,4	16,4	0,5	3,3	17,3	0,5
odchylka	0,1	2,2	0,1	0,0	1,4	0,0	0,1	3,2	0,1

odchylka od blanku **1,29** **0,63** **0,42** **1,02** **1,07** **1,06** **1,00** **1,13** **1,15**

	PES/B/m1/D4/O1			PES/B/m2/D4/O3			PES/B/m3/D4/O3		
	E modul GPa	pevnost MPa	tažnost %	E modul GPa	pevnost MPa	tažnost %	E modul GPa	pevnost MPa	tažnost %
1	2,9	17,0	0,6	3,2	22,7	0,8	3,2	19,3	0,6
2	2,4	36,5	1,9	3,1	16,6	0,6	3,1	16,4	0,5
3	2,3	29,2	1,5	3,1	21,9	0,8	2,9	16,6	0,6
4	2,5	28,5	1,3	3,1	17,1	0,6	3,0	13,4	0,5
5	2,4	32,0	1,6	3,1	25,1	0,9	3,0	15,3	0,5
průměr	2,5	28,6	1,4	3,1	20,7	0,7	3,0	16,2	0,6
odchylka	0,2	6,4	0,4	0,0	3,3	0,1	0,1	1,9	0,1

odchylka od blanku **0,97** **0,90** **0,93** **0,93** **1,35** **1,50** **0,91** **1,06** **1,18**

6.2 Souhrnné výsledky tahové zkoušky pro epoxidový systém

	EP/O1			EP/O2		
	E modul GPa	pevnost MPa	tažnost %	E modul GPa	pevnost MPa	tažnost %
1	3,5	52,7	1,7	3,5	62,1	2,2
2	3,4	53,0	1,8	3,4	49,3	1,6
3	3,5	53,6	1,8	3,3	46,6	1,6
4	3,7	58,6	2,0	3,7	63,2	2,1
5	3,8	55,5	1,7	3,5	54,0	1,9
průměr	3,6	54,7	1,8	3,5	55,0	1,9
odchylka	0,1	2,2	0,1	0,1	6,7	0,3

	EP/A/m1/D3/O1			EP/A/m1/D1/O2			EP/A/m2/D1/O1		
	E modul GPa	pevnost MPa	tažnost %	E modul GPa	pevnost MPa	tažnost %	E modul GPa	pevnost MPa	tažnost %
1	3,5	54,1	1,7	3,4	62,9	2,2	3,6	57,7	2,0
2	3,4	55,2	2,3	3,6	67,8	2,4	3,3	56,3	2,4
3	3,4	55,3	2,6	3,7	56,6	1,8	3,2	53,7	2,0
4	3,6	57,5	1,9	3,5	66,1	2,3	3,4	56,9	2,1
5	3,5	56,3	2,3	3,5	60,1	2,1	3,3	55,4	2,2
průměr	3,5	55,7	2,2	3,5	62,7	2,2	3,4	56,0	2,2
odchylka	0,1	1,2	0,3	0,1	4,0	0,2	0,1	1,4	0,1

odchylka od blanku **0,98** **1,02** **1,20** **1,01** **1,14** **1,14** **0,94** **1,02** **1,20**

	EP/B/m2/D3/O2			EP/B/m3/D1/O2			EP/B/m3/D2/O1		
	E modul GPa	pevnost MPa	tažnost %	E modul GPa	pevnost MPa	tažnost %	E modul GPa	pevnost MPa	tažnost %
1	3,5	53,4	1,7	3,4	60,2	2,1	3,3	55,8	2,5
2	3,7	56,4	1,7	3,4	60,8	2,2	3,4	55,0	2,5
3	3,6	55,6	1,8	3,6	63,7	2,1	3,5	56,4	2,1
4	3,5	48,8	1,6	3,6	66,5	2,3	3,5	55,0	1,9
5	3,5	54,4	1,7	3,7	68,8	2,3	3,4	54,8	2,0
průměr	3,6	53,7	1,7	3,6	64,0	2,2	3,4	55,4	2,2
odchylka	0,1	2,7	0,1	0,1	3,3	0,1	0,1	0,6	0,2

odchylka od blanku **1,02** **0,98** **0,90** **1,02** **1,16** **1,17** **0,95** **1,01** **1,23**

		EP/B/m3/D3/O2		
		E modul GPa	pevnost MPa	tažnost %
	1	3,5	58,8	2,0
	2	3,7	57,9	1,8
	3	3,6	64,0	2,2
	4	3,6	51,9	1,6
	5	3,7	54,7	1,7
průměr		3,6	57,5	1,9
odchylka		0,1	4,1	0,2

**odchylka
od blanku**

1,04 1,04 0,99

6.3 Souhrnné výsledky ohybové zkoušky pro polyesterový systém

		PES/O3			PES/O1		
		modul pružnosti GPa	pevnost MPa	průhyb %	modul pružnosti GPa	pevnost MPa	průhyb %
	1	2,7	31,3	1,1	2,0	54,9	3,1
	2	3,1	33,2	1,1	1,8	55,3	3,4
	3	3,3	36,4	1,2	2,3	67,6	3,3
	4	3,1	35,8	1,2	2,3	59,1	3,0
	5	3,0	33,7	1,1	2,0	56,7	3,0
průměr		3,0	34,1	1,1	2,1	58,7	3,2
odchylka		0,2	1,9	0,0	0,2	4,7	0,2

		PES/A/m1/D4/O1			PES/A/m2/D4/O3			PES/A/m3/D4/O3		
		modul pružnosti GPa	pevnost MPa	průhyb %	modul pružnosti GPa	pevnost MPa	průhyb %	modul pružnosti GPa	pevnost MPa	průhyb %
	1	2,9	57,4	2,1	3,5	39,8	1,2	3,2	45,3	1,5
	2	3,0	40,1	1,4	3,3	29,5	0,9	3,0	44,9	1,6
	3	2,4	34,1	1,5	3,4	28,8	0,9	3,2	35,0	1,1
	4	2,3	43,1	1,8	3,1	27,1	0,9	2,4	41,9	1,7
	5	2,7	32,8	1,3	2,7	24,9	0,9	2,7	22,5	0,9
průměr		2,7	41,5	1,6	3,2	30,0	1,0	2,9	37,9	1,4
odchylka		0,3	8,8	0,3	0,3	5,1	0,1	0,3	8,5	0,3

**odchylka
od
blanku**

1,28 0,71 0,51 1,06 0,88 0,84 0,95 1,11 1,22

	PES/B/m1/D4/O1			PES/B/m2/D4/O3			PES/B/m3/D4/O3		
	modul pružnosti GPa	pevnost MPa	průhyb %	modul pružnosti GPa	pevnost MPa	průhyb %	modul pružnosti GPa	pevnost MPa	průhyb %
1	2,6	32,2	1,3	3,0	33,6	1,2	2,9	36,2	1,3
2	2,6	33,8	1,3	3,0	32,8	1,1	3,1	52,2	1,8
3	2,3	30,7	1,4	2,6	32,1	1,2	2,9	21,7	0,8
4	2,9	31,9	1,1	2,8	32,7	1,2	3,3	41,3	1,4
5	2,5	30,8	1,2	3,2	31,2	1,0	2,8	48,8	1,9
průměr	2,6	31,9	1,3	2,9	32,5	1,1	3,0	40,0	1,4
odchylka	0,2	1,1	0,1	0,2	0,8	0,1	0,2	10,7	0,4

odchylka od blanku 1,22 0,54 0,40 0,96 0,95 1,00 0,99 1,17 1,26

6.4 Souhrnné výsledky ohybové zkoušky pro epoxidový systém

	EP/O1			EP/O2		
	modul pružnosti GPa	pevnost MPa	průhyb %	modul pružnosti GPa	pevnost MPa	průhyb %
1	3,5	99,2	3,4	2,6	102,1	4,2
2	2,8	97,9	4,7	2,8	80,8	2,8
3	3,1	90,7	3,2	2,9	91,1	3,3
4	2,7	87,0	3,6	2,6	93,3	4,4
5	3,1	101,8	4,5	2,8	86,9	3,3
průměr	3,0	95,3	3,9	2,8	90,9	3,6
odchylka	0,3	5,6	0,6	0,1	7,1	0,6

	EP/A/m1/D3/O1			EP/A/m1/D1/O2			EP/A/m2/D1/O1		
	modul pružnosti GPa	pevnost MPa	průhyb %	modul pružnosti GPa	pevnost MPa	průhyb %	modul pružnosti GPa	pevnost MPa	průhyb %
1	3,0	83,1	2,8	3,8	109,5	3,2	3,2	101,7	3,6
2	3,6	99,6	3,2	2,6	92,4	3,8	3,2	103,0	3,9
3	3,0	97,4	3,9	2,7	95,9	3,9	3,3	97,7	3,5
4	2,8	94,0	4,1	3,3	105,2	3,4	3,2	98,5	3,4
5	3,0	102,3	4,1	3,5	116,9	4,0	3,2	102,0	3,6
průměr	3,1	95,3	3,6	3,2	104,0	3,6	3,2	100,6	3,6
odchylka	0,3	6,7	0,5	0,5	8,9	0,3	0,0	2,1	0,1

odchylka od blanku 1,02 1,00 0,94 1,16 1,14 1,01 1,06 1,06 0,92

	EP/A/m2/D3/O2			EP/A/m3/D1/O2			EP/A/m3/D2/O1		
	modul pružnosti GPa	pevnost MPa	průhyb %	modul pružnosti GPa	pevnost MPa	průhyb %	modul pružnosti GPa	pevnost MPa	průhyb %
1	3,2	89,3	2,9	3,2	82,9	2,7	2,9	83,1	2,8
2	3,0	111,8	4,4	3,2	75,9	2,3	3,4	99,7	3,4
3	2,9	105,6	4,4	3,4	77,0	2,4	3,0	96,9	3,6
4	3,3	114,5	4,4	2,8	77,1	2,4	2,8	81,1	3,1
5	3,3	110,9	3,6	3,3	76,0	2,4	2,7	81,1	3,2
průměr	3,1	106,4	4,0	3,2	77,8	2,4	3,0	88,4	3,2
odchylka	0,2	9,0	0,6	0,2	2,6	0,1	0,2	8,2	0,3

odchylka od blanku 1,14 1,17 1,10 1,15 0,86 0,68 0,98 0,93 0,83

	EP/A/m3/D3/O2		
	modul pružnosti GPa	pevnost MPa	průhyb %
1	3,5	94,5	2,9
2	3,5	87,3	2,6
3	3,4	89,2	2,8
4	3,3	85,1	2,6
5	3,5	88,4	2,7
průměr	3,4	88,9	2,7
odchylka	0,1	3,1	0,1

odchylka od blanku 1,25 0,98 0,76

	EP/B/m1/D3/O1			EP/B/m1/D1/O2			EP/B/m2/D1/O1		
	modul pružnosti GPa	pevnost MPa	průhyb %	modul pružnosti GPa	pevnost MPa	průhyb %	modul pružnosti GPa	pevnost MPa	průhyb %
1	3,4	99,7	3,5	3,2	113,4	4,3	3,1	101,9	3,9
2	2,5	90,0	4,3	3,4	88,8	2,7	2,8	76,7	2,8
3	3,1	97,1	3,6	3,4	113,3	4,3	2,7	88,8	3,8
4	2,9	98,1	3,3	3,4	114,7	4,2	3,1	110,3	4,7
5	3,1	104,2	3,8	2,9	103,0	4,6	3,2	94,7	3,4
průměr	3,0	97,8	3,7	3,3	106,7	4,0	3,0	94,5	3,7
odchylka	0,3	4,6	0,3	0,2	9,9	0,7	0,2	11,4	0,6

odchylka od blanku 0,99 1,03 0,95 1,18 1,17 1,12 0,98 0,99 0,96

	EP/B/m2/D3/O2			EP/B/m3/D1/O2		
	modul pružnosti GPa	pevnost MPa	průhyb %	modul pružnosti GPa	pevnost MPa	průhyb %
1	3,0	108,2	4,1	2,8	78,1	2,8
2	3,1	75,2	2,5	3,1	83,7	2,6
3	3,6	92,4	2,7	2,8	81,0	2,9
4	3,3	105,4	3,5	3,3	97,3	3,1
5	3,4	95,3	2,9	3,2	86,7	2,7
průměr	3,3	95,3	3,1	3,1	85,4	2,8
odchylka	0,2	11,7	0,6	0,2	6,6	0,2

odchylka od blanku 1,18 1,05 0,87 1,11 0,94 0,78

	EP/B/m3/D2/O1			EP/B/m3/D3/O2		
	modul pružnosti GPa	pevnost MPa	průhyb %	modul pružnosti GPa	pevnost MPa	průhyb %
1	2,7	83,8	3,3	3,4	87,9	2,7
2	2,5	75,8	3,0	3,2	92,1	2,8
3	3,1	87,9	3,1	2,6	80,0	3,1
4	2,4	80,8	3,3	3,0	108,0	4,5
5	2,3	81,0	4,2	3,3	80,8	2,5
průměr	2,6	81,8	3,4	3,1	89,7	3,1
odchylka	0,3	3,9	0,4	0,3	10,2	0,7

odchylka od blanku 0,86 0,86 0,87 1,13 0,99 0,87